Agilent 7650A Amostrador de líquidos automático

Instalação, operação e manutenção

Agilent Technologies

Avisos

Número de peça do manual

G4567-98010

Edição

Primeira edição, maio de 2012

Impresso nos USA

Agilent Technologies, Inc.
2850 Centerville Road
Wilmington, DE 19808-1610 USA

安捷伦科技 （上海）有限公司
上海市浦东新区外高桥保税区
英伦路 412 号
联系电话：（800）820 3278

Reconhecimento de marcas

Teflon é marca registrada E. I. du Pont de Nemours and Company, Inc.

Microsoft e Windows são marcas registradas da Microsoft Corporation nos Estados Unidos.

Garantia

O material deste documento é fornecido "como está", podendo sofrer alterações sem aviso prévio em edições futuras. Além disso, até onde permitido pelas leis vigentes, a Agilent se isenta de qualquer garantia, seja expressa ou implícita, relacionada a este manual e às informações aqui contidas, incluindo garantias implícitas de comercialização e adequação a um propósito em particular, mas não se limitando a estas. A Agilent não deve ser responsabilizada por erros ou por danos incidentais ou consequentes relacionados ao suprimento, uso ou desempenho deste documento ou das informações aqui contidas. Caso a Agilent e o usuário tenham outro acordo por escrito com termos de garantia que cubram o material deste documento e sejam conflitantes com estes termos, devem prevalecer os termos de garantia do acordo em separado.

Avisos de segurança

CUIDADO

Um aviso de **CUIDADO** indica perigo. Ele chama a atenção para um procedimento, prática ou algo semelhante que, se não for corretamente realizado ou cumprido, pode resultar em avarias no produto ou perda de dados importantes. Não prossiga após um aviso de **CUIDADO** até que as condições indicadas sejam completamente compreendidas e atendidas.

AVISO

Um AVISO indica perigo. Ele chama a atenção para um procedimento, prática ou algo semelhante que, se não for corretamente realizado ou cumprido, pode resultar em ferimentos pessoais ou morte. Não prossiga após um AVISO até que as condições indicadas sejam completamente compreendidas e atendidas.

Conteúdo

Parte 1: Início rápido

Início rápido

Parte 2: Informações de segurança e regulamentação

Informações de segurança e regulamentação

Parte 3: Instalação

Compatibilidade

Instalação

Parte 4: Operação

Introdução à operação

Configuração do ALS

Parâmetros do ALS

Seringas e agulhas

Parte 5: Manutenção e solução de problemas

Manutenção

Solução de problemas

Falhas e erros

Peças de reposição

Parte 1:

Início rápido

Início rápido

Este capítulo apresenta uma visão geral do amostrador de líquidos automático Agilent 7650A (ALS, na sigla em inglês) e as informações disponíveis para o usuário.

Sobre o sistema ALS Agilent 7650A

Visão geral do sistema

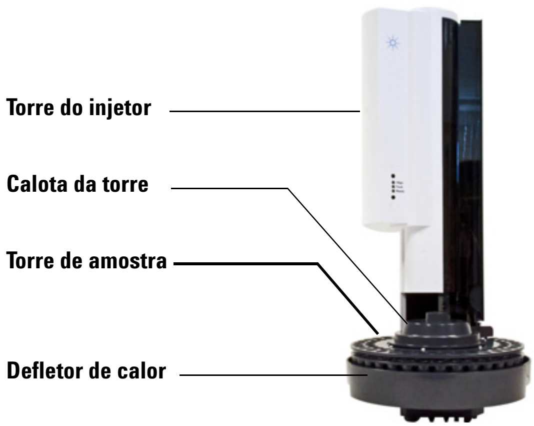


Figura 1 O ALS 7650A

Recursos

Os principais recursos do ALS 7650A incluem:

- Uma torre de amostra que permite instalar até 50 frascos de amostras, quatro garrafas de solvente e quatro garrafas de descarte
- 8 ml de solvente acessível, 16 ml de solvente total
- 16 ml de capacidade de frascos de descarte
- Um portador padrão de seringas até 100 µl
- Um portador de seringa com manipulação aprimorada de amostra, opcional, otimizado com um motor de alta potência para seringas acima de 100 µl.
- Capacidade de realizar injeções-sanduíche com até três camadas de amostra separadas por espaços de ar
- Velocidades de êmbolo rápida, lenta e variável sob controle do sistema de dados da Agilent (consulte “Velocidades de êmbolo rápida, lenta e variável" na página 60)

Onde encontrar informações

Este manual fornece informações sobre segurança e regulamentação, procedimentos de instalação, informações sobre operação e uma seção que trata sobre manutenção e solução de problemas. Este manual está disponível nos DVDs Utilitários e Informações ao Usuário do Hardware dos GC e GC/MS da Agilent como um manual baseado em HTML e como um arquivo PDF que pode ser impresso.

DVDs Utilitários e Informações ao Usuário do Hardware dos GC e GC/MS da Agilent



Além deste manual, a Agilent fornece diversos produtos de aprendizado que documentam como instalar, operar, manter e solucionar problemas nas seguintes linhas de produtos da Agilent: cromatógrafo a gás (GC), cromatógrafo a gás/espectrômetro de massa (GC/MS) e cromatógrafo de gás de baixa massa térmica/espectrômetro de massa (LTM-GC/MS). Os DVDs contêm versões traduzidas das informações mais necessárias, tais como:

- Documentação de passos iniciais para uso do produto
- Informações sobre a preparação do local
- Informações sobre segurança e regulamentação
- Informações sobre instalação, operação, manutenção e solução de problemas

A documentação está disponível nos DVDs Utilitários e Informações ao Usuário do Hardware dos GC e GC/MS da Agilent em dois formatos.

Documentação abrangente baseada em HTML

A documentação abrangente em formato HTML oferece recursos para pesquisas completas em todos os documentos do instrumento. Essa documentação está perfeitamente integrada ao software Agilent Instrument Utilities, podendo também ser acessada como um conjunto de documentos independente no menu **Iniciar** do Microsoft® Windows®.

PDFs traduzidos e otimizados para impressão

A documentação em formato PDF, otimizada para impressão e traduzida, permite imprimir e realizar pesquisas em um documento de cada vez.

Ajuda on-line

Os sistemas de dados da Agilent foram desenvolvidos para maximizar o uso do ALS 7650A da Agilent e os instrumentos que o acompanham. Use a ajuda on-line do sistema de dados para acessar descrições da interface do usuário, principais conceitos, tarefas comuns e tutoriais do software.

Os tópicos da ajuda on-line constituem instruções detalhadas passo-a-passo com links para outros materiais relevantes. A leitura desses tópicos ajudará você a concluir suas tarefas diárias (Figura 2).

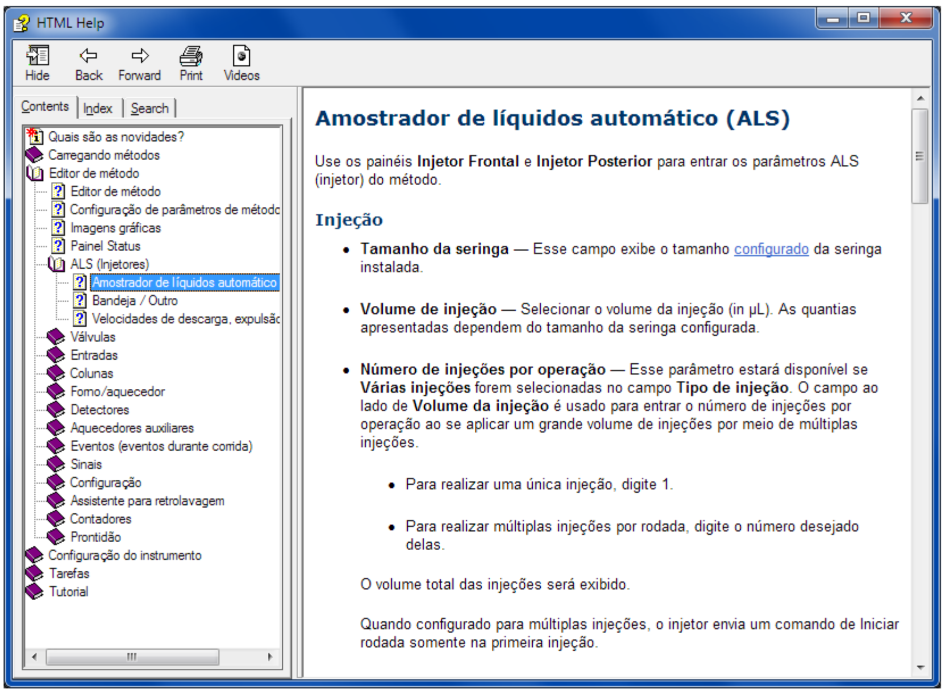


Figura 2 Ajuda on-line do sistema de dados

Quando utilizar o sistema de dados da Agilent, pressione **[F1]** para acessar a ajuda on-line sensível ao contexto, ou selecione **Help** no menu **Help**.

Parte 2:

Informações de segurança e regulamentação

Informações de segurança e regulamentação

Este capítulo apresenta informações importantes sobre segurança e regulamentação para o amostrador de líquidos automático Agilent 7650A (ALS, na sigla em inglês).

Avisos importantes de segurança

Existem vários avisos importantes de segurança que você deve sempre levar em conta ao usar o ALS 7650A.

Muitas peças internas do instrumento apresentam tensões elétricas perigosas

Quando o botão de ligar/desligar do instrumento está na posição de ligado, podem existir tensões potencialmente perigosas nos seguintes locais:

- Em todas as placas eletrônicas do instrumento
- Nos fios internos e nos cabos conectados a essas placas

AVISO **Todas essas peças são isoladas por tampas. Com as tampas no lugar, é pouco provável que haja algum contato acidental com tensões perigosas. Exceto quando especificamente determinado, nunca remova uma tampa.**

AVISO **Se o isolamento do cabo de alimentação ou da fiação entre o instrumento e o cromatógrafo a gás estiver danificada ou desgastada, é necessário substituir esse cabo ou fiação. Entre em contato com um representante de atendimento da Agilent.**

Descargas eletrostáticas representam uma ameaça para o sistema eletrônico do instrumento

As placas de circuito impresso (PC) do instrumento podem ficar danificadas se houver descarga eletrostática. Não toque nas placas, a menos que seja absolutamente necessário. Se for preciso tocar nelas, coloque uma pulseira aterrada e tome outras precauções antiestáticas. Use uma pulseira aterrada sempre que precisar retirar a tampa da parte eletrônica do instrumento.

Certificações de segurança e regulamentação

O ALS 7650A atende aos seguintes padrões de segurança:

- International Electrotechnical Commission (IEC): 61010–1
- EuroNorm (EN): 61010–1

O instrumento está em conformidade com as seguintes regulamentações de compatibilidade eletromagnética (EMC) e interferência de radiofrequência (RFI):

- CISPR 11/EN 55011: Grupo 1, Classe A
- IEC/EN 61326-1
- AUS/NZ N10149

Este dispositivo ISM está em conformidade com a norma canadense ICES-001. Cet appareil ISM est conforme a la norme NMB—001 du Canada.

O instrumento foi projetado e fabricado usando um sistema de qualidade registrado de acordo com o padrão ISO 9001.

Informações

O ALS da Agilent Technologies atende às seguintes classificações da IEC (International Electrotechnical Commission): Segurança Classe I, Categoria II de sobretensão transiente, Grau de poluição 2.

Essa unidade foi projetada e testada de acordo com padrões reconhecidos de qualidade e se destina a uso em ambiente interno. Se o instrumento for usado de uma forma não especificada pelo fabricante, a proteção que o instrumento fornece poderá ser comprometida. Sempre que a proteção de segurança do ALS estiver comprometida, desconecte a unidade de todas as fontes de alimentação e proteja-a contra uso não intencional.

A manutenção deve ser realizada por pessoal qualificado. A substituição de peças ou a realização de modificações não autorizadas no instrumento pode resultar em risco grave.

Símbolos

Os avisos constantes no manual ou no instrumento devem ser observados durante todas as fases de operação, manutenção e reparo do instrumento. O não cumprimento dessas precauções viola os padrões de segurança de projeto e o uso destinado ao instrumento. A Agilent Technologies não assume nenhuma responsabilidade se o cliente não atender tais exigências.

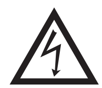
Veja as informações relacionadas para obter mais informações.



Indica superfície quente.



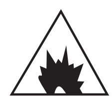
Indica tensões perigosas.



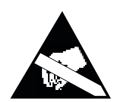
Indica terminal de aterramento (terra).



Indica risco de explosão.



Indica risco de descarga eletrostática.



Especificações técnicas e ambientais

- Uso em ambientes internos e sob atmosfera normal
- Altitude até 4300 m
- Temperatura ambiente de operação entre 15 e 55 graus centígrados
- Umidade ambiente de operação entre 5 % e 95 %
- Grau de poluição 2, Cat. instalação II

Compatibilidade eletromagnética

Este dispositivo está em conformidade com os requisitos CISPR 11 e IEC 61326-1. A operação está sujeita às duas condições seguintes:

1. Este dispositivo não pode causar interferência de alta frequência prejudicial.
2. Este dispositivo deve aceitar qualquer interferência de radiofrequência recebida, inclusive interferência que possa causar operação indesejada.

Se esse equipamento causar interferência prejudicial na recepção de sinais de rádio e televisão, o que pode ser observado ao se ligar e desligar o equipamento, recomendamos que o usuário tome uma ou mais das seguintes medidas:

1. Mude de lugar o rádio ou a antena.
2. Afaste o dispositivo do rádio ou da televisão.
3. Ligue o dispositivo em outra tomada elétrica, para que o dispositivo fique em um circuito elétrico diferente de onde está o rádio ou a televisão.
4. Confira se todos os dispositivos periféricos também obedecem a certificações.
5. Verifique se estão sendo usados cabos adequados para conectar o dispositivo ao equipamento periférico.
6. Consulte o revendedor do equipamento, a Agilent Technologies, ou um técnico experiente para obter assistência.
7. Modificações que não tenham sido expressamente aprovadas pela Agilent Technologies podem anular a autoridade do usuário para operar o equipamento.

Certificação de emissão sonora para a República Federal da Alemanha

Pressão sonora

Pressão sonora Lp < 82 dB(A) segundo a norma DIN-EN 27779 (Teste de tipo).

Schalldruckpegel

Schalldruckpegel LP < 82 dB(A) nach DIN-EN 27779 (Typprufung).

Limpeza

Para limpar as superfícies externas do ALS 7650A, desconecte a energia e use um pano umedecido sem fiapos. Consulte “Manutenção periódica" na página 120 para obter mais informações.

Reciclagem do produto

Para obter informações sobre reciclagem, entre em contato com um escritório de vendas local da Agilent.

Parte 3:

Instalação

Compatibilidade

Este capítulo ajuda você a determinar se o ALS 7650A é adequado para o GC, GC/MSD ou LTM-GC/MSD da Agilent (instrumento) e a identificar o equipamento existente.

Hardware

O ALS 7650A é compatível com os seguintes instrumentos da Agilent:

- GC 7890A (entrada frontal ou posterior)
- GC 7820A (entrada frontal ou posterior)
- GC/MSD 5975E (entrada frontal ou posterior)
- LTM-GC/MSD 5975T (entrada frontal)

O ALS oferece suporte ao uso de um ALS por instrumento. Não existe suporte para mais de um ALS por instrumento.

Firmware

Para usar o ALS 7650A, os instrumentos da Agilent requerem as revisões mínimas de firmware listadas na Tabela 1.

Tabela 1 Revisões mínimas de firmware para uso do ALS 7650A

Instrumento	Versão mínima de firmware necessária
GC 7890A	A.01.13
Controlador G3430 (para o GC 7890A)	A.02.11
GC 7820A	A.01.12.003
GC/MSD 5975E	5.02.12
LTM-GC/MSD 5975T	A.03.03.005

Para atualizar o firmware do instrumento, consulte “Atualização do firmware" na página 50.

Instalação

O procedimento de instalação do ALS 7650A depende do tipo de instrumento Agilent envolvido. Em todos os casos, é necessário remover todos os componentes do ALS porventura existentes antes da instalação. O seu instrumento Agilent pode exigir atualização do firmware.

Preparação do instrumento

Este procedimento explica como preparar um GC, GC/MSD ou LTM-GC/MSD Agilent para o ALS 7650A.

AVISO

A entrada pode estar muito quente e causar queimaduras na pele. Deixe a entrada esfriar até a temperatura ambiente antes de trabalhar perto dela.

1. Ajuste as entradas, detectores e o forno do instrumento para a temperatura ambiente.
2. Após as entradas, detectores e o forno terem esfriado, desligue o instrumento.
3. Caso instalados, desconecte os cabos do ALS e remova os injetores do instrumento.

   Para obter detalhes, consulte a documentação original do amostrador.

Preparação do ALS

Remover os parafusos de transporte

1 Deite o ALS em uma superfície plana para que sua parte inferior fique acessível.

2 Usando uma chave Torx T-10, remova os três parafusos de transporte Torx vermelhos da parte inferior do ALS, como mostrado na Figura 3.

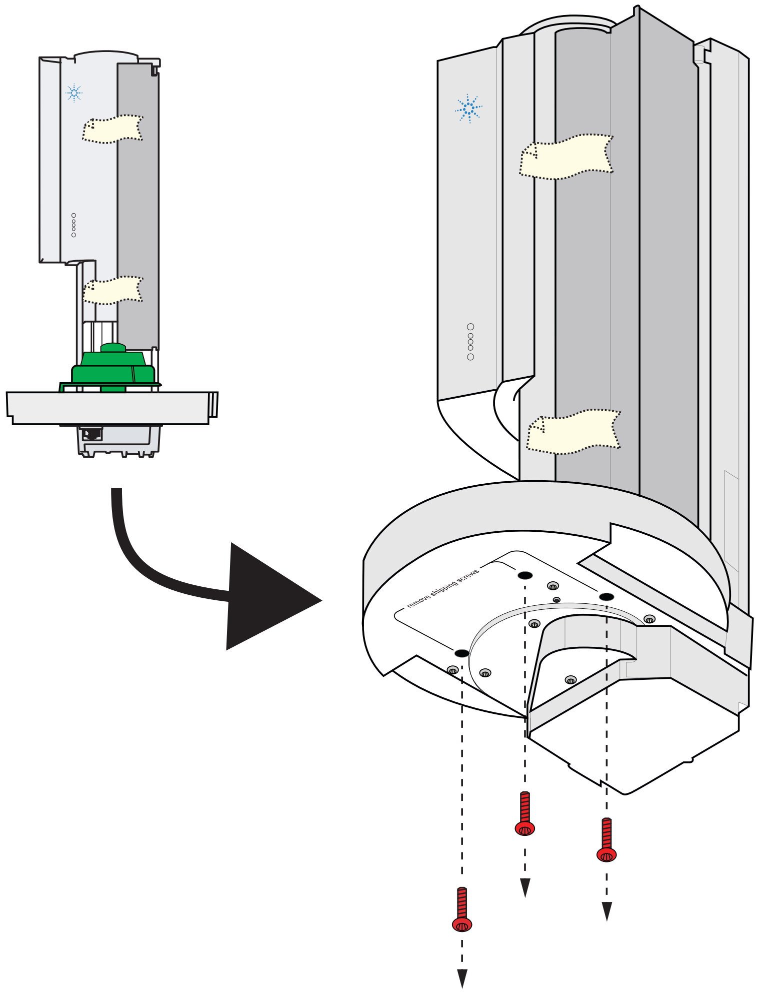


Figura 3 Remover os três parafusos de transporte

Remover a braçadeira de transporte

As braçadeiras de transporte laranja e azul estão instaladas no portador da seringa, como mostrado na Figura 4.

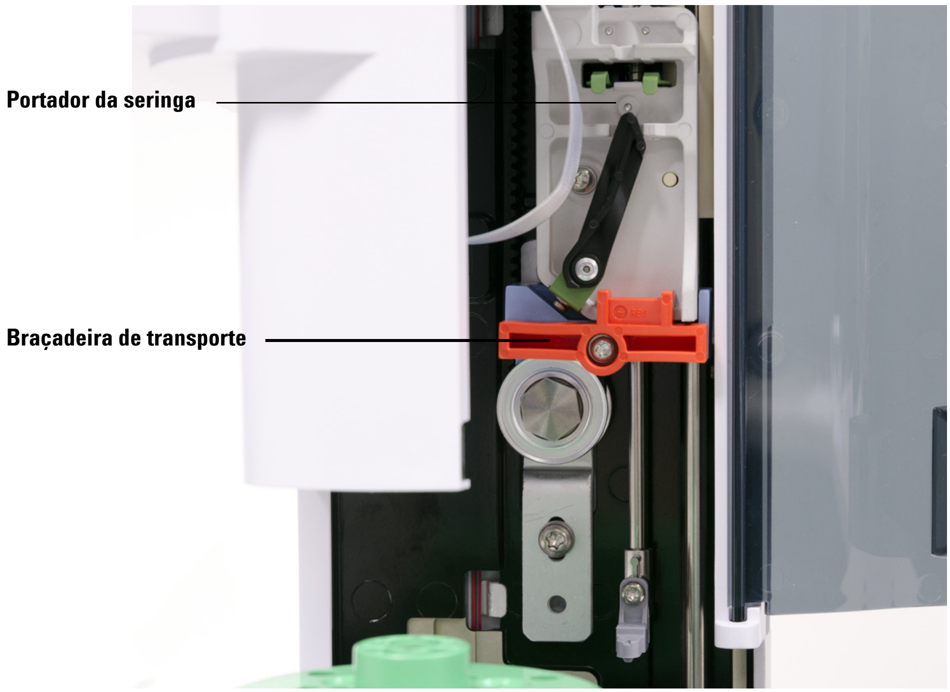


Figura 4 Braçadeira de transporte instalada

Para remover a braçadeira de transporte:

1 Remova a fita de transporte (Figura 5) e abra a porta do ALS.

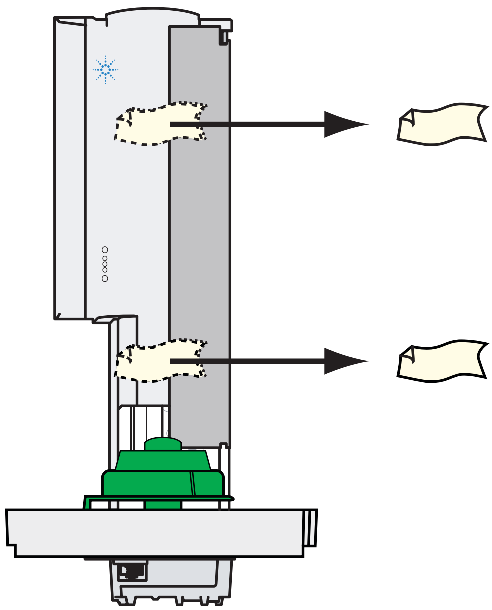


Figura 5 Remover a fita de transporte

2 Utilizando uma chave Torx T-10, afrouxe completamente o parafuso prisioneiro Torx e remova a braçadeira de transporte laranja do portador da seringa (Figura 6).

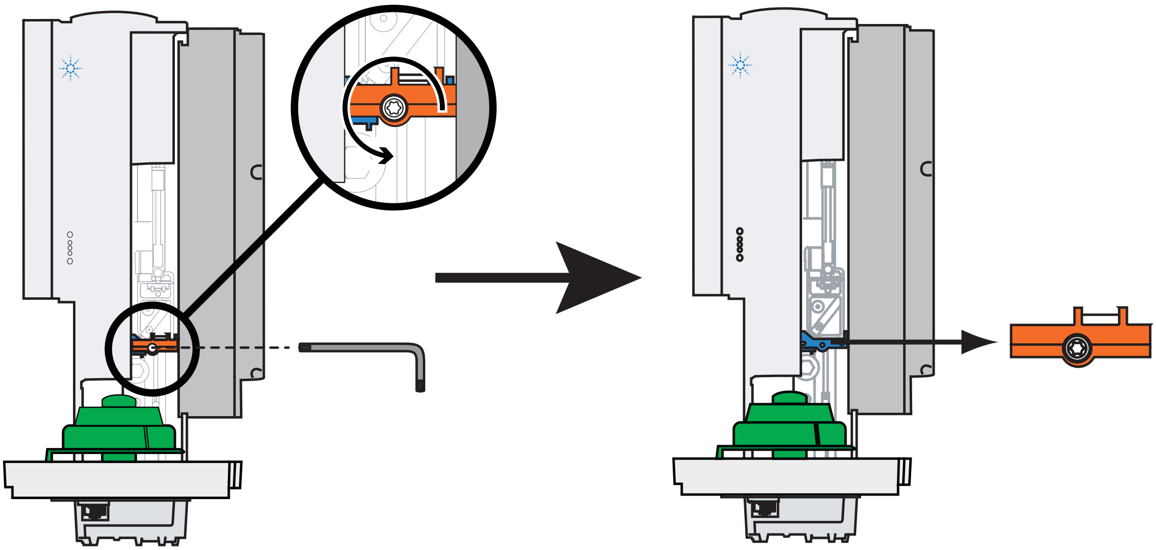


Figura 6 Remover a braçadeira de transporte laranja

3 Remova cuidadosamente a braçadeira de transporte azul do portador da seringa (Figura 7).

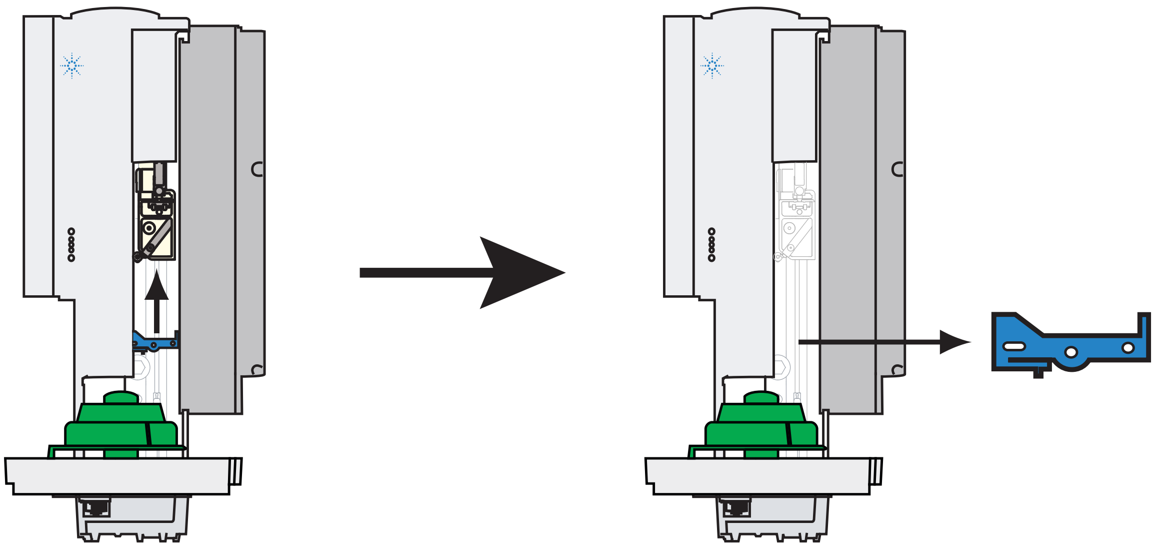


Figura 7 Remover a braçadeira de transporte azul

4 Feche a porta do ALS.

Instalar a torre

Para instalar a torre:

1 Abra a porta do ALS (Figura 8).

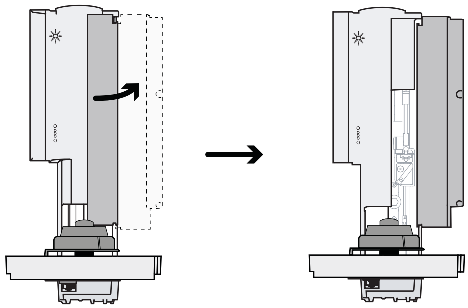


Figura 8 Abrir a porta do ALS

2 Alinhe a guia no cubo da torre ao entalhe na parte interna da torre, e coloque a torre no cubo (Figura 9).

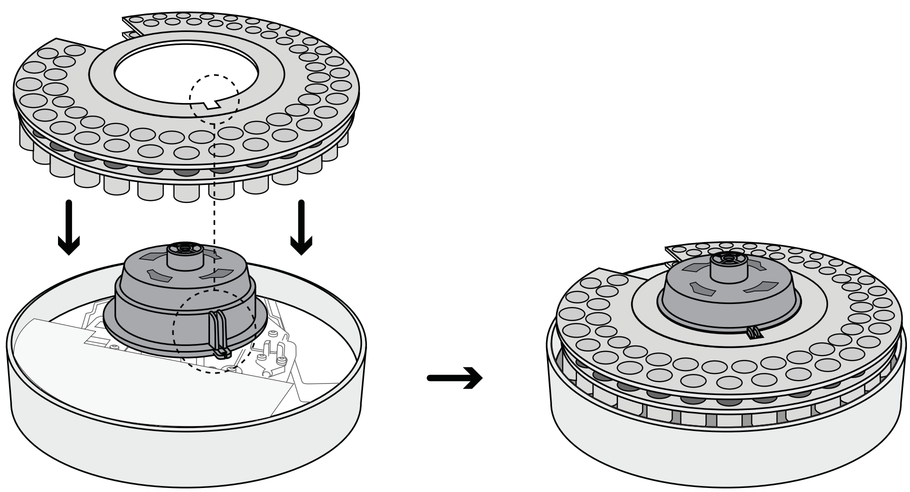


Figura 9 Colocar a torre no cubo

3 Gire a torre de modo que a abertura do injetor fique voltada para a frente do ALS (Figura 10).

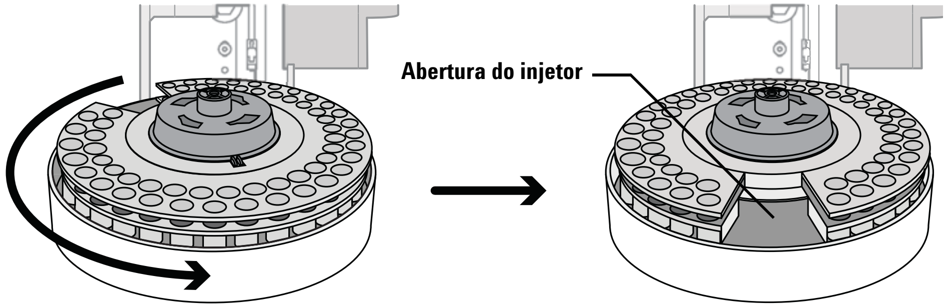


Figura 10 Girar a torre de modo que a abertura do injetor fique voltada para a frente do ALS

4 Coloque a calota da torre no cubo. Certifique-se de alinhar as ranhuras na calota às ranhuras no cubo da torre, como mostrado na Figura 11.

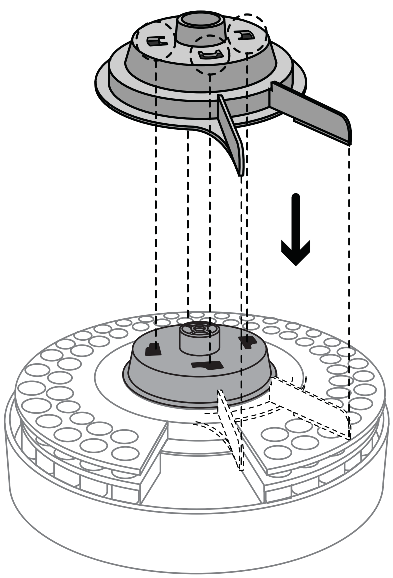


Figura 11 Colocar a calota da torre no cubo

5 Mantendo a torre fixa, gire a calota da torre no sentido horário até que ela encaixe em sua posição no cubo da torre. Certifique-se que as ranhuras na calota estejam alinhadas à abertura do injetor na torre, como mostrado na Figura 10.

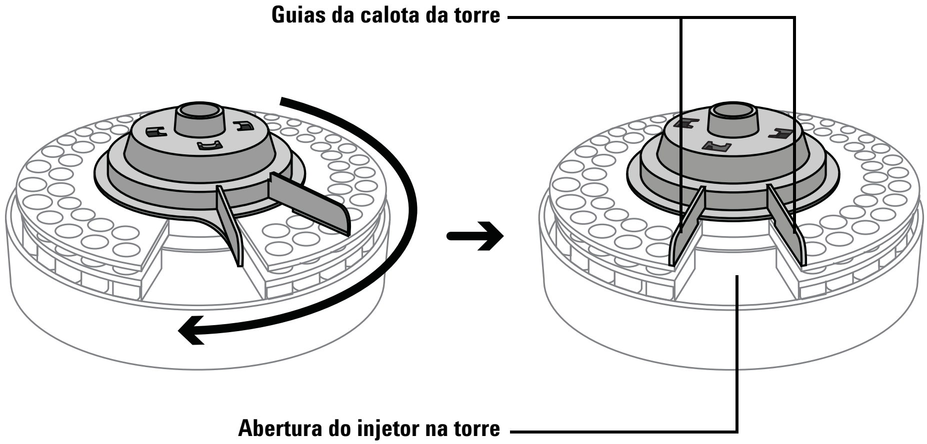


Figura 12 Girar a calota da torre no sentido horário até que ela encaixe em sua posição

Instalação do ALS

Instalar o ALS

Este procedimento explica como instalar o ALS 7650A.

CUIDADO Nas etapas apresentadas a seguir, use uma chave de fenda que se encaixe sem folgas na ranhura existente no topo do poste de montagem. Uma chave de fenda para parafusos de cabeça menor pode danificar a parte superior do poste e impedir que o ALS seja montado corretamente.

CUIDADO Não instale o ALS em um poste de montagem para outro injetor (exceto se para o ALS 7693A); isso pode danificar o ALS. Remova os postes incompatíveis, se houver, e substitua pelo poste de montagem G4513-20561 fornecido.

1 Instale o poste de montagem ALS (Figura 13) no instrumento:

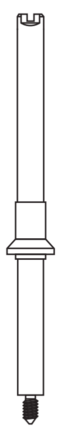


Figura 13 Poste de montagem (G4513-20561)

- Para um GC 7890A, um GC 7820A, ou um GC/MSD 5975E, instale o poste de montagem na tampa da entrada, na posição frontal ou traseira (consulte a Figura 14). O poste deve ser inserido completamente.

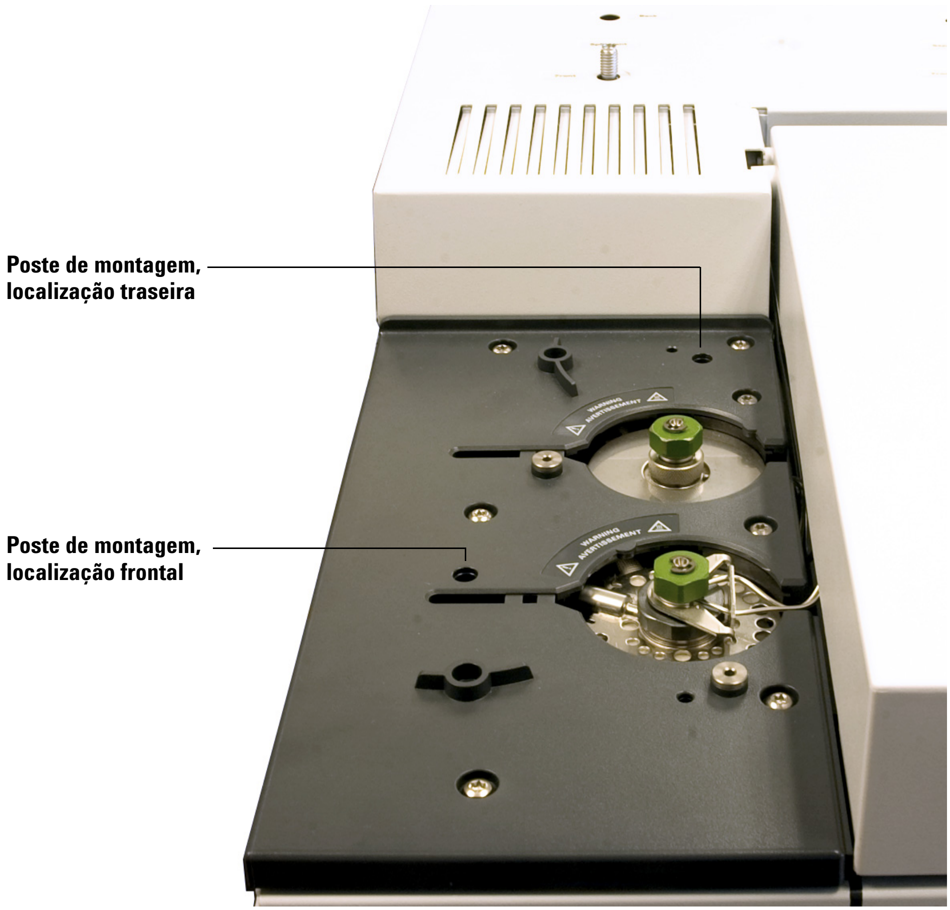


Figura 14 Locais do poste de montagem em um GC 7820A (o GC 7890A é semelhante)

- Para um LTM-GC/MSD 5975T, instale o poste de montagem como mostrado na Figura 15. O poste deve ser inserido completamente.

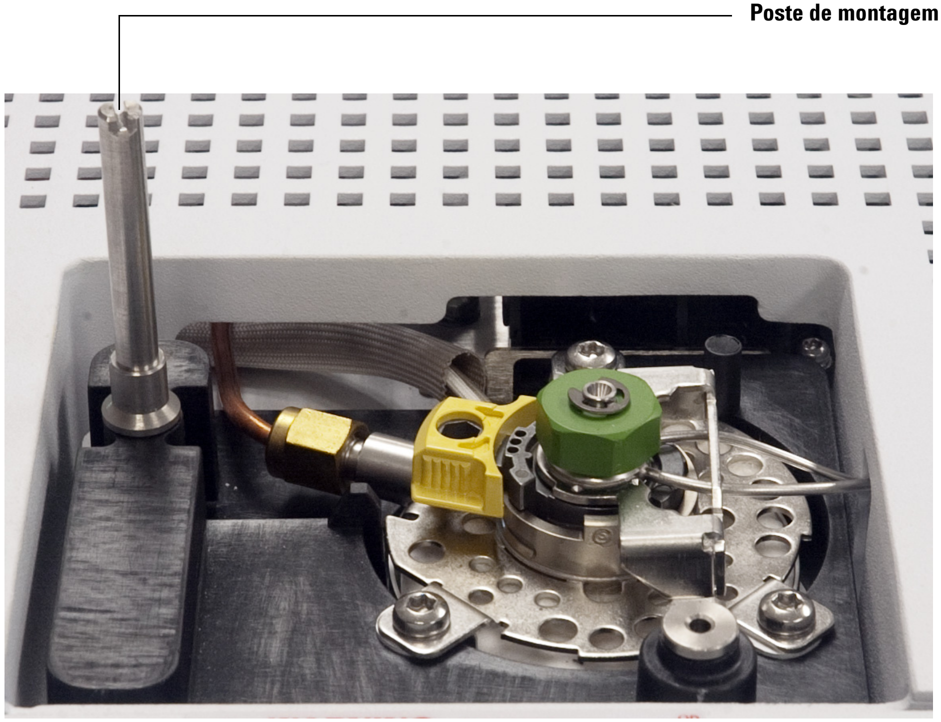


Figura 15 Poste de montagem instalado em um LTM-GC/MSD 5975T

2 Conecte o cabo de comunicação à porta frontal ou traseira do ALS (GC 7820A, Figura 16) ou à porta do amostrador (LTM-GC/MSD 5975T, Figura 17).



Figura 16 Portas frontal e traseira do ALS na parte de trás de um GC 7820A



Figura 17 Porta do cabo do amostrador na traseira de um LTM-GC/MSD 5975T

3 Posicione o ALS no poste de montagem e a guia de suporte da tampa da entrada (consulte a Figura 18 ou Figura 19).



Figura 18 ALS instalado em um GC 7890A

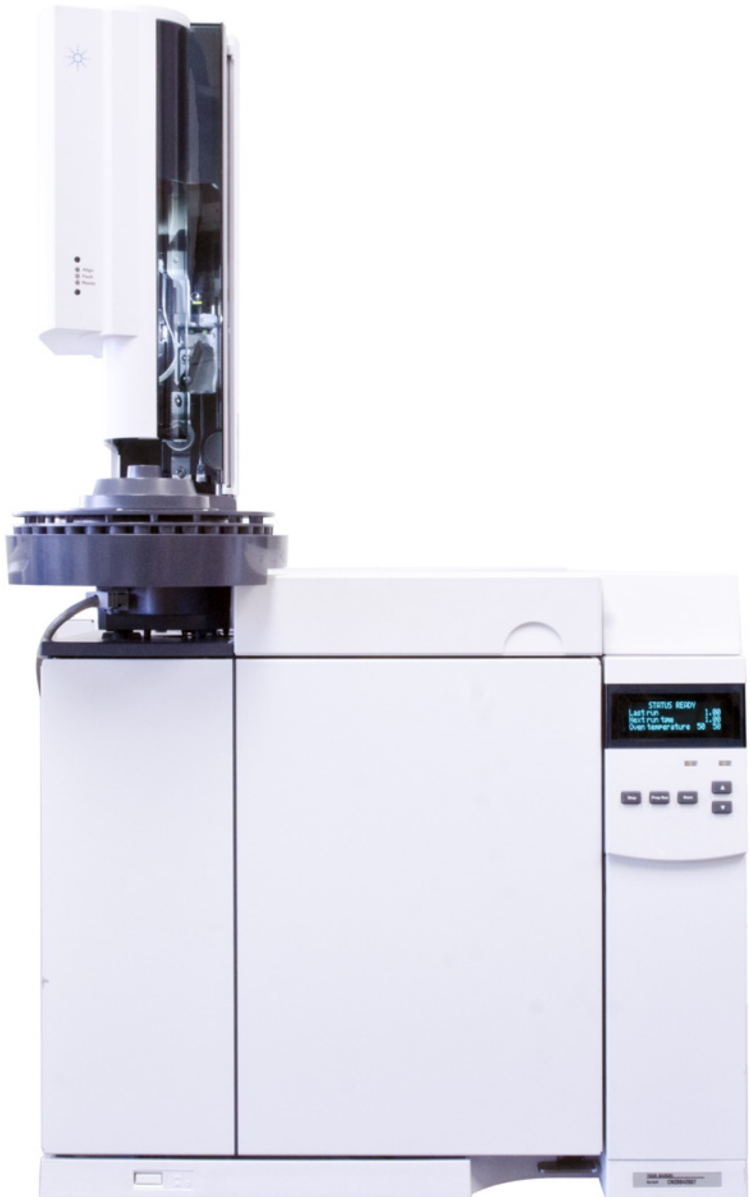


Figura 19 ALS instalado em um GC 7820A

Verificar seu trabalho

O ALS deve estar na vertical e estabilizado.

Se o ALS não ficar na vertical sobre o instrumento, verifique se a canalização e o cabeamento sob a tampa da entrada estão direcionados corretamente em seus canais.

Conexão dos cabos

Esta seção mostra o encaminhamento dos cabos para um ALS 7650A com um GC 7890A, um GC 7820A, um GC/MSD 5975E e um LTM-GC/MSD 5975T.

GC 7890Um

Siga o diagrama de cabeamento na Figura 20 para instalar corretamente os cabos do ALS no GC 7890A.

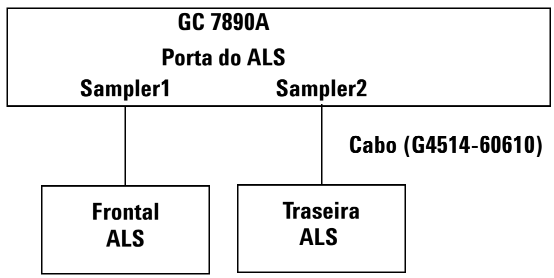


Figura 20 Cabos para o GC 7890A

Conecte o ALS a qualquer porta de ALS no GC usando um cabo G4514-60610.

GC 7820Um

Siga o diagrama de cabeamento na Figura 21 para instalar corretamente os cabos do ALS no GC 7820A.

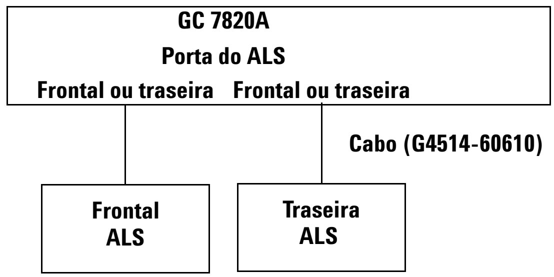


Figura 21 Cabos para o GC 7820A

Conecte o ALS a qualquer porta de ALS no GC usando um cabo G4514-60610.

GC/MSD 5975E

Siga o diagrama de cabeamento na Figura 22 para instalar corretamente os cabos do ALS em um GC/MSD 5975E.

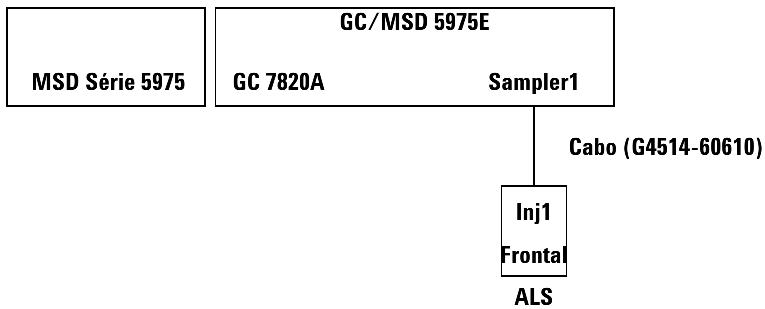


Figura 22 Cabos para o GC/MSD 5975E

Conecte o ALS ao GC/MSD com um cabo G4514-60610.

LTM-GC/MSD 5975T

Siga o diagrama de cabeamento na Figura 23 para instalar corretamente os cabos do ALS no LTM-GC/MSD 5975T.

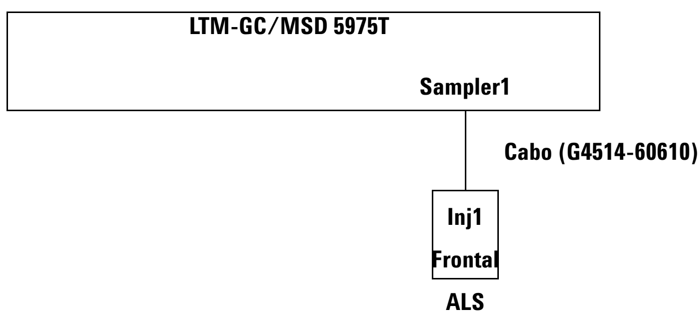


Figura 23 Cabos para o LTM-GC/MSD 5975T

Conecte o ALS ao LTM-GC/MSD com um cabo G4514-60610.

Testar as conexões

Quando os cabos de comunicação estiverem conectados, ligue o instrumento. Após o processo de inicialização terminar:

- A luz Ready (Pronto) deve estar ligada.
- Se a luz Align Mode (Modo de Alinhamento) no ALS estiver ligada, consulte “Alinhamento do ALS 7650A”.

Atualização do firmware

Use o utilitário Firmware Update (Atualização do Firmware) no software Agilent Instrument Utilities para atualizar o firmware.

O ALS 7650A requer as revisões de firmware indicadas na Tabela 2. Antes de usar o ALS, verifique as revisões de firmware como descrito a seguir.

Você pode fazer download das últimas revisões de firmware no site da Agilent em www.agilent.com/chem, ou entre em contato com o representante de vendas local da Agilent.

Deixar de atualizar o firmware fará com que os componentes não sejam reconhecidos ou que haja menos recursos disponíveis.

Visualizar a versão atual do firmware

Para visualizar a versão atual do firmware do instrumento ou dos componentes instalados no ALS:

Todos os instrumentos Desligue e ligue novamente o instrumento. Quando ele reinicializar, a versão do firmware atual é exibida.

GC 7890A Pressione [**Status**] > [**Clear**], ou então pressione [**Service Mode**] > **Diagnostics** > **Instrument status** para exibir a versão atual do firmware do GC. Para visualizar o firmware atual do componente do ALS, pressione [**Service Mode**] > **Diagnostics** > **ALS Status**. Role o menu para visualizar a torre frontal ou a torre traseira.

GC 7820A e GC/MSD 5975E Usando o teclado numérico do software, pressione **[Status] > [Clear]**, ou então pressione **[Service Mode] > Diagnostics > Instrument status** para exibir a versão atual do firmware do instrumento (Figura 24).

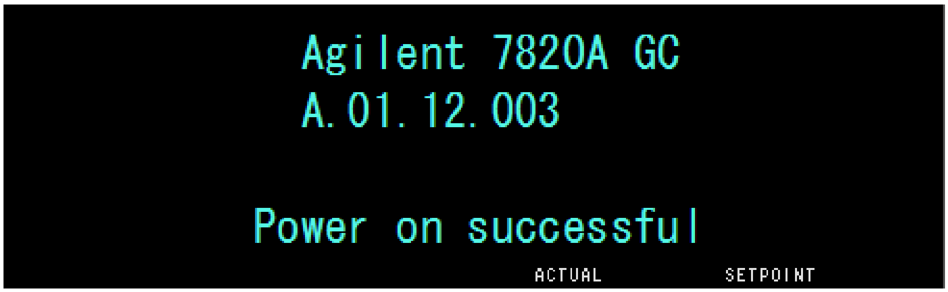


Figura 24 Versão do firmware do GC 7820A exibida no controlador remoto do software

Para visualizar o firmware atual do componente do ALS, pressione **[Service Mode] > Diagnostics > ALS Status**. Role o menu para visualizar as versões do firmware da torre frontal/torre traseira (Figura 25).



Figura 25 Versão do firmware do ALS 7650A exibida no controlador remoto do software

LTM-GC/MSD 5975T Pressione **[Menu]** para acessar **+ Version** ou **+ LTM GC** e use a tecla **[Item]** para acessar as informações sobre o firmware do componente desejado. Use um sistema de dados Agilent para visualizar as informações sobre o firmware do ALS.

Atualizar o firmware

Para atualizar o firmware, use o utilitário Firmware Update (Figura 26) que faz parte do software Agilent Instrument Utilities. Consulte a ajuda do software e a documentação do usuário para obter informações sobre a atualização do firmware.

Uma vez conectado a um instrumento na tela **Firmware Update** do software, nenhuma outra tarefa pode ser realizada no instrumento até você desconectar.

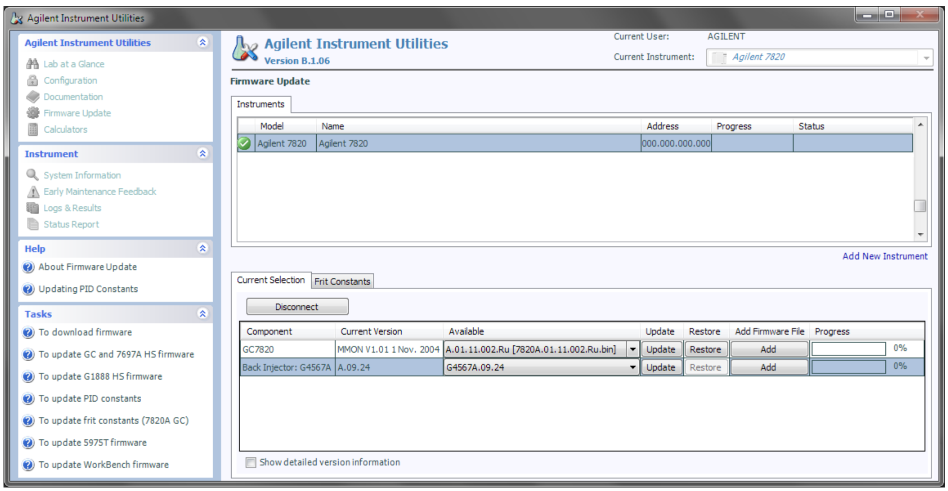


Figura 26 Utilitário Firmware Update

Configuração do instrumento e do sistema de dados

Configurar o instrumento

Quando a instalação do hardware estiver concluída, configure o instrumento para uso com o ALS 7650A. Consulte “Alinhamento do ALS 7650A” para mais detalhes.

Configurar o sistema de dados

Configuração

Os sistemas de dados da Agilent contêm informações sobre o equipamento de amostragem em uso. Elas devem ser atualizadas para remover as informações antigas e substituí-las pelas informações do novo equipamento instalado. Consulte os detalhes na documentação do seu sistema de dados.

Métodos de atualização

Antes de usar os métodos criados para um sistema amostrador anterior, certifique-se de editá-los como necessário para que sejam adequados ao novo hardware.

Realização de uma operação de teste

Após concluir a instalação, a configuração, a atualização e a calibração, faça uma injeção rápida usando o amostrador para verificar se ele está funcionando corretamente.

1 Instale uma seringa vazia no ALS.

2 Coloque garrafas vazias em todas as posições de solvente e descarte e, em seguida, coloque um frasco de amostra vazio e tampado na posição de amostra 1 na torre. Consulte “Colocação de frascos e garrafas na torre” para obter mais informações.

3 Configure o amostrador como mostrado na Tabela 2. Estas configurações se aplicam ao GC 7820A. Se você estiver usando um instrumento diferente, use estas configurações como orientação.

GCs 7890A	Use o teclado numérico frontal
GCs 7820A	Use o teclado numérico do software
LTM-GC/MSDs 5975T	Use o seu sistema de dados Agilent

Tabela 2 Parâmetros de operação de teste

Parâmetro	Configuração
Volume de injeção	1.00
Retardo de viscosidade	0
Velocidade de expulsão da injeção	6000
Volume do espaço de ar	0.20
Bombeamentos de amostra	6
Lavagens com amostra	0
Pós-lavagens com solvente A	1
Pré-lavagens com solvente A	1
Pós-lavagens com solvente B	0
Pré-lavagens com solvente B	0
Velocidade de recarga da amostra	300
Tempo pré-espera	0
Tempo pós-espera	0
Desvio da amostra	0
Modo de injeção	Normal (injeção de 1 camada)
LED da torre	Ligado

4 Configure o programa do forno para 30 °C (ou temperatura ambiente atual) com 0 °C/min. de rampa, tempo de retenção de 0,1 minutos, tempo de equilíbrio de 0,3 minutos e tempo inicial de 0,3 minutos.

5 Armazene, carregue e execute a sequência.

Se não houver falhas, o ALS fará uma injeção com a primeira posição de frasco.

Se ocorrer algum problema, consulte “Falhas”, “Mensagens de erro” ou “Correção de problemas de seringa”.

Parte 4:
Operação

Introdução à operação

Este capítulo descreve as características e recursos do ALS 7650A.

Velocidades de êmbolo rápida, lenta e variável

Os valores padrão para velocidades de êmbolo variáveis são baseados em uma seringa de 10 µl. Você deve reduzir a velocidade de injeção para utilizar seringas com volumes maiores. Se você estiver executando uma injeção de grande volume e observar um erro de êmbolo, tente reduzir a taxa de injeção.

Tabela 3 Velocidade de êmbolo rápida/lenta como função do volume da seringa

Velocidade do êmbolo (µl/min.)	**Volume da seringa (µl)**									
	0,5	**1**	**2**	**5**	**10**	**25**	**50**	**100**	**250**	**500**
Recarga (µl/min.)										
Rápida	15	30	60	150	300	750	1500	3000	300	600
Lenta	15	30	60	150	300	750	1500	3000	300	600
Expulsão (µl/min.)										
Rápida	300	600	1200	3000	6000	15000	30000	60000	1500	3000
Lenta	300	600	1200	3000	6000	15000	30000	60000	1500	3000
Injeção(µl/min.)										
Rápida	300	600	1200	3000	6000	15000	30000	60000		
Lenta	15	30	60	150	300	750	1500	3000	75	150

Tabela 4 Velocidade variável do êmbolo como função do volume da seringa

Velocidade variável do êmbolo (µl/min.)	**Volume da seringa (µl)**									
(x) = Valor padrão	**0.5**	**1**	**2**	**5**	**10**	**25**	**50**	**100**	**250**	**500**
Recarga de amostra	1 - 30 (15)	1 - 60 (30)	1 - 120 (60)	1 - 300 (150)	1 - 600 (300)	2 - 1500 (750)	3 - 3000 (1500)	6 - 6000 (3000)	15 - 15000 (7500)	30 - 30000 (15000)
Ejeção de amostra	1 - 300 (300)	1 - 600 (600)	1 - 1200 (1200)	1 - 3000 (3000)	1 - 6000 (6000)	2 - 15000 (15000)	3 - 30000 (30000)	6 - 60000 (60000)	15 - 150000 (150000)	30 - 300000 (300000)
Ejeção de injeção	1 - 300 (300)	1 - 600 (600)	1 - 1200 (1200)	1 - 3000 (3000)	1 - 6000 (6000)	2 - 15000 (15000)	3 - 30000 (30000)	6 - 60000 (60000)	15 - 150000 (150000)	30 - 300000 (300000)
Recarga de solvente	1 - 30 (15)	1 - 60 (30)	1 - 120 (60)	1 - 300 (150)	1 - 600 (300)	2 - 1500 (750)	3 - 3000 (1500)	6 - 6000 (3000)	15 - 15000 (7500)	30 - 30000 (15000)
Ejeção de solvente	1 - 300 (300)	1 - 600 (600)	1 - 1200 (1200)	1 - 3000 (3000)	1 - 6000 (6000)	2 - 15000 (15000)	3 - 30000 (30000)	6 - 60000 (60000)	15 - 150000 (150000)	30 - 300000 (300000)

Recursos

Tabela 5 resume os recursos do ALS 7650A.

Tabela 5 Recursos do ALS 7650A

Parâmetro	Escala
Tamanho da seringa	1 a 500 µl
Modo de lavagem	A, B
Economia de solvente	10%, 20%, 30%, 40%, 80% do tamanho da seringa (µl)
Volume de injeção	1 - 50% do tamanho da seringa (µl)
Bombeamento de amostra	0 - 15
Retardo de viscosidade	0 - 7 segundos
Espaço de ar	0 - 10% do tamanho da seringa (µl)
Lavagens com amostra pré-injeção	0 - 15
Lavagens com solvente A pós-injeção	0 - 15
Lavagens com solvente B pós-injeção	0 - 15
Velocidade do êmbolo	Consulte a Tabela 4 na página 61
Lavagens com solvente A pré-injeção	0 - 15
Lavagens com solvente B pré-injeção	0 - 15
Espera pré-injeção	0 - 1 minuto em 0,01 minuto
Espera pós-injeção	0 - 1 minuto em 0,01 minuto
Desvio da amostra	Ligado/Desligado
Posição variável de profundidade de amostragem	2 mm abaixo, 30 mm acima
Modo de múltiplas injeções, número de injeções	1 - 99
Modo de múltiplas injeções, tempo de retardo da injeção	0 - 100 segundos

Injeção rápida

Esse é um método de introduzir a amostra em uma entrada aquecida sem o efeito negativo do fracionamento de agulha.

Se você estiver usando o ALS 7650A pela primeira vez, é possível observar algumas alterações nos cromatogramas resultantes. A maioria das alterações ocorre devido à redução da vaporização na agulha durante a injeção.

- As áreas de pico dos cromatogramas podem ser menores. A injeção rápida automática proporciona o volume do ponto de ajuste desejado da amostra. Sem a injeção rápida, quantidades residuais da amostra vaporizam para fora da agulha e penetram na entrada. Essa quantidade adicional pode chegar a 1 µl.
- As áreas de pico dos cromatogramas podem mostrar menos diferença entre os componentes com ponto de ebulição baixo e alto.

Sem a injeção rápida, a amostra introduzida apresenta-se mais rica em componentes com ponto de ebulição baixo do que aqueles com ponto de ebulição alto devido a ocorrência de destilação fracionada na agulha. Além da amostra residual penetrar na entrada, os componentes com ponto de ebulição baixo fervem primeiro. Isso é o fracionamento de agulha ou discriminação.

A Figura 27 compara a injeção manual com a injeção rápida automática no ALS para uma amostra de 1 µl de parafinas C_{10} a C_{40} em hexano.

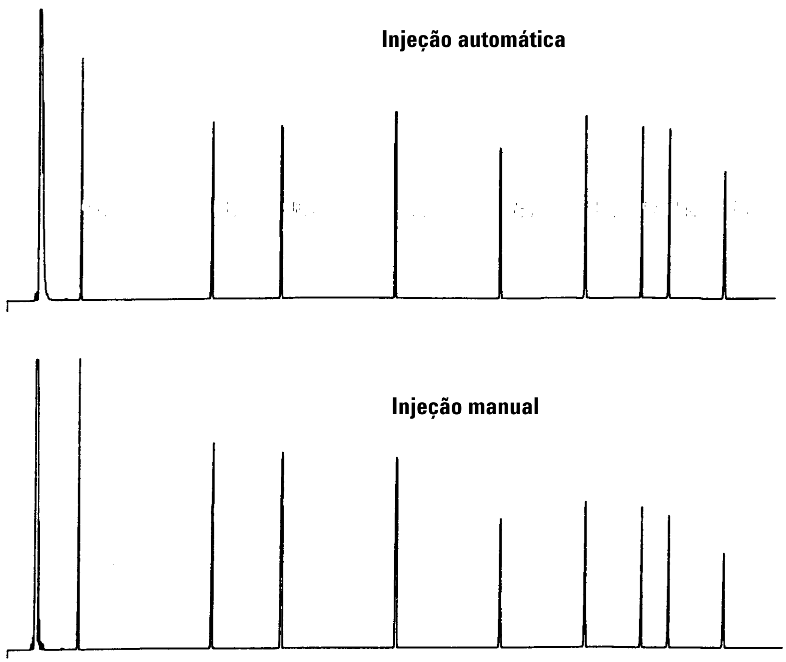


Figura 27 Injeção automática vs. injeção manual

Para obter mais informações sobre o desempenho do ALS, solicite os seguintes documentos técnicos em seu representante da Agilent:

Publicação No. 43-5953-1843: Snyder, W. Dale. Fast Injection with the 7673A Automatic Injector: Chemical Performance, Technical Paper 108, junho de 1985.

Publicação No. 43-5953-1878: Snyder, W. Dale. Performance Advantage of the 7673A Automatic Injector Over Manual Injection, Technical Paper 109, agosto de 1985.

Publicação No. 43-5953-1879: Kolloff, R. H. C. Toney e J. Butler. Automated On-Column Injection with Agilent 7673A Automatic Injector and 19245A On-Column Capillary Inlet: Accuracy and Precision, Technical Paper 110, agosto de 1985.

Resquícios de amostra

Resquício é a presença de picos de uma injeção anterior na análise atual.

O ALS 7650A usa lavagem com solvente, lavagens com amostra e bombeamentos de amostra para controlar os resquícios. Cada uma dessas ações reduz a quantidade de amostra deixada na seringa. A eficácia de cada uma depende da aplicação.

Lavagem com solvente

O ALS carrega solvente na seringa nas posições A ou B de solvente e, em seguida, descarta o conteúdo da seringa em uma ou mais garrafas de descarte. As lavagens com solvente podem ocorrer antes de coletar a amostra (lavagem com solvente pré-injeção) ou imediatamente após a injeção (lavagens com solvente pós-injeção) O volume da lavagem pode ser ajustado.

Lavagem com amostra

Durante uma lavagem com amostra, o ALS carrega a amostra seguinte na seringa e descarta o conteúdo em uma ou mais garrafas de descarte. As lavagens com amostra ocorrem antes da injeção. Quando a amostra é limitada, você pode usar uma pré-lavagem com solvente para umedecer a seringa antes de carregar a amostra. O volume da lavagem pode ser ajustado.

Bombeamento de amostra

Durante um bombeamento de amostra, o ALS carrega a amostra na seringa e a retorna para o frasco de amostra. O bombeamento ocorre após as lavagens com amostra e imediatamente antes da injeção. O bombeamento serve para eliminar bolhas. Se a agulha contém solvente de uma lavagem anterior, o bombeamento pode adicionar uma pequena quantidade de solvente que irá se misturar com a amostra, provocando a diluição de pequenos volumes.

Número e tipo de lavagens

Em condições ideais, quatro lavagens com volume padrão (80%) reduzem os resquícios para uma parte em 10.000. O número e o tipo de lavagens necessárias dependem de:

- Quantidade de resquício aceitável
- Viscosidade e solubilidade dos analitos
- Viscosidade e volatilidade dos solventes
- O grau de desgaste do cilindro da seringa
- O volume da lavagem

Os cromatogramas A e B (Figura 28) mostram os efeitos dos resquícios quando 1 µl de um frasco de metanol é injetado após 1 µl de um frasco com um soluto dissolvido em metanol. Os picos no cromatograma B são do soluto deixado na seringa após a primeira injeção.

O cromatograma C mostra o resultado da lavagem da seringa com quatro lavagens com solvente a 80% do volume da seringa. Os picos dos resquícios desaparecem.

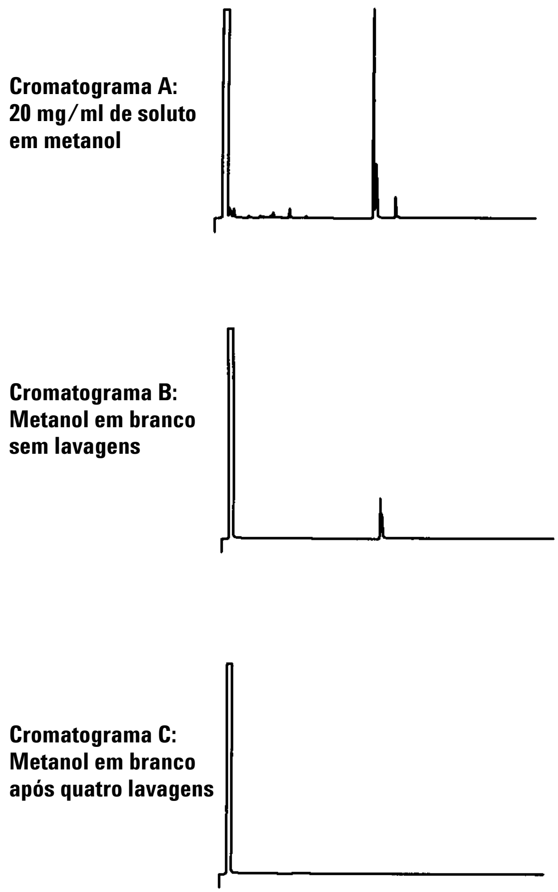


Figura 28 Resquício de amostra

Métodos e sequências

O amostrador é normalmente controlado por uma sequência, que é uma lista de amostras a serem analisadas. Ela contém:

- Onde encontrar a amostra
- Qual método a ser usado para analisar a amostra
- Como medir e injetar a amostra
- Como gerar um relatório da análise

Método é uma coleção de pontos de ajuste (temperaturas, tempos etc.) que controla a operação do cromatógrafo a gás.

A combinação de uma sequência e do métodos que ela especifica proporciona controle completo sobre a análise de suas amostras. Entretanto, os detalhes específicos diferem dependendo do hardware e do software usado, e por isso apresentamos outros documentos que contêm essas informações.

A discussão é limitada a detalhes específicos da amostra. Para obter informações sobre a configuração de métodos e sequências, consulte a ajuda do seu sistema de dados Agilent ou a documentação do instrumento.

O ciclo do amostrador

A Tabela 6 descreve as operações básicas do ALS 7650A.

Tabela 6 Ciclo do amostrador

Etapa	Ação	Notas
1 Lave a seringa com solvente.	**a** Gire uma garrafa de solvente embaixo da seringa. **b** Abaixe a agulha da seringa até ela penetrar no solvente. **c** Carregue o solvente. **d** Levante a agulha da seringa até ela sair da garrafa de solvente. **e** Gire uma garrafa de descarte embaixo da seringa. **f** Abaixe a seringa. Aperte o êmbolo para descartar o solvente. **g** Levante a agulha da seringa até ela sair do frasco de descarte.	• A seringa pode ser lavada diversas vezes com mais de um solvente. Isso é controlado pelos parâmetros de pré-lavagem do solvente.
2 Lave a seringa com a amostra.	**a** Gire o frasco de amostra embaixo da seringa. **b** Abaixe a agulha da seringa de modo que ela perfure o septo do frasco e penetre na amostra. **c** Carregue a amostra. **d** Levante a seringa e a agulha até ela sair da garrafa de solvente. **e** Gire uma garrafa de descarte embaixo da seringa. **f** Abaixe a agulha da seringa. Aperte o êmbolo para descartar a amostra. **g** Levante a agulha da seringa até ela sair do frasco de descarte.	• A seringa pode ser lavada com amostras várias vezes.

Tabela 6 Ciclo do amostrador (continued)

Etapa	Ação	Notas
3 Carregue a seringa com a amostra.	**a** Gire o frasco de amostra embaixo da seringa. **b** Abaixe a agulha da seringa de modo que ela perfure o septo do frasco. **c** Carregue a amostra. **d** Com a agulha ainda na amostra, pressione o êmbolo da seringa rapidamente. **e** Após o bombeamento final, carregue a amostra. **f** Levante a agulha da seringa até ela sair do frasco de amostra.	• As ações **c** e **d** podem ser repetidas várias vezes. O propósito é expelir as bolhas de ar da amostra.
4 Injete a amostra.	**a** Gire a torre para expor a entrada. **b** Abaixe a agulha da seringa de modo que ela perfure o septo da entrada. **c** Pressione o êmbolo da seringa para fazer a injeção. **d** Levante a agulha da seringa até ela sair da entrada.	• Sinais de **Início** são enviados para o instrumento e o processador de dados no momento da injeção.
5 Lave a seringa com solvente.	• Tal como na etapa 1, mas de acordo com os parâmetros de pós-injeção.	
6 Realize injeções repetidas.	• Se isso for programado, espere o instrumento ficar pronto e repita o ciclo desde a etapa 1.	

Se o seu método alternar entre as posições de torre interna e externa, o ALS pode demorar mais tempo do que quando movendo de frasco para frasco na mesma linha.

Configuração do ALS

Este capítulo descreve como configurar o ALS 7650A.

Configuração do ALS 7650A

GCs 7890A e 7820A

Para um GC 7890A, pressione **[Config] [Front Injector]** ou **[Config] [Back Injector]** no teclado numérico do GC para exibir os parâmetros de configuração frontal ou traseira do injetor. Para um GC 7820A, pressione **[Config] [Injector]** no teclado numérico de software do GC para exibir os parâmetros de configuração frontal ou traseira do ALS.

```
   CONFIGURE FRONT INJECTOR

Front tower               INJ1
Syringe size              10.0
```

`Front/Back tower` (Torre frontal/traseira) — Alterna entre INJ1 (Torre frontal) e INJ2 (Torre traseira), dependendo do local de instalação da torre usando as teclas **On/Yes** e **Off/No**.

`Syringe size` (Tamanho da seringa) — Digite um tamanho de seringa entre 0,5 e 500 µl.

NOTA

O GC presume que o volume da seringa representa uma aplicação com o êmbolo cheio. Se o volume máximo marcado no cilindro da seringa estiver na metade do cilindro, você terá que digitar o **dobro** desse volume (o rótulo nesse caso é metade de uma aplicação com o êmbolo cheio).

GC/MSD 5975E

A configuração do ALS GC/MSD 5975E é a mesma do GC 7820A. Consulte "GCs 7890A e 7820A" na página 72.

LTM-GC/MSD 5975T

Configure o ALS usando o seu sistema de dados Agilent. Consulte a ajuda do sistema de dados para obter detalhes.

Parâmetros do ALS

Este capítulo descreve como configurar os parâmetros do ALS 7650A usando diferentes dispositivos de controle.

As descrições contidas neste capítulo se referem aos recursos do firmware do instrumento e não necessariamente todos aqueles disponíveis nos sistemas de dados da Agilent. Consulte a ajuda do sistema de dados da Agilent para obter mais informações.

Configuração dos parâmetros do ALS 7650A

Os parâmetros disponíveis dependem da configuração específica do instrumento e do ALS. Pressione a tecla **[Info]** para visualizar os intervalos de ajuste possíveis para cada parâmetro. Consulte a Tabela 4 na página 61 e a Tabela 5 na página 62 para conhecer os recursos do ALS.

GCs 7890A e 7820A

Para o GC 7890A, pressione [**Front Injector**] ou [**Back Injector**] no teclado numérico do GC. Para o GC 7820A, pressione **[Injector]** no teclado numérico do software. Role até o ponto de ajuste desejado, descrito a seguir.

Digite um valor de ponto de ajuste, use **[Mode/Type]** para alterar a seleção ou ative/desative o ponto de ajuste.

```
        FRONT INJECTOR

Injection volume          1.0
Viscosity delay             0
Inject Dispense Speed    FAST

Sample pumps                6
Sample washes               2
Sample Wash Volume        8.0
Solvent A post washes       0
Solvent A pre washes        0
Solvent A wash volume       8
Solvent B post washes       0
Solvent B pre washes        0
Sample Draw Speed        FAST
Sample Disp Speed        FAST
Solvent Draw Speed       FAST
Solvent Disp Speed       FAST
Pre dwell time           0.00
Post dwell               0.00
Sample offset             Off
Injection Reps              1
```

`Injection volume` (Volume da injeção)—Volume da amostra a ser injetado. Digite o volume de injeção em µl até 50% do tamanho da seringa configurado. (Usando uma seringa de 10 µl, os valores a digitar seriam 0,1, 0,2, 0,3 e assim por diante até 5 µl.) O GC arredonda o volume até o próximo parâmetro permitido.

Viscosity delay (Retardo de viscosidade)—O tempo em segundos em que o êmbolo da seringa fica parado no pico dos movimentos de bombeamento e injeção para aguardar o enchimento da seringa. Em amostras viscosas, essa pausa permite que a amostra flua para dentro do vácuo criado pela seringa.

Inject Dispense Speed (Velocidade de expulsão da injeção)—A quantidade de microlitros por minuto a ser injetada. O valor digitado aqui é arredondado para o valor aceitável mais próximo para o parâmetro. Por exemplo, 7000 µl/min. é arredondado para 7009 µl/min.

Airgap Volume (Volume do espaço de ar)—A quantidade de ar que separa a amostra da extremidade da agulha.

Sample pumps (Bombeamentos de amostra)—O número de vezes em que o êmbolo da seringa é movido para cima e para baixo enquanto a agulha está na amostra para expelir bolhas de ar e aumentar a reprodutibilidade.

Sample washes (Lavagens com amostra)—O número de vezes em que a seringa é lavada com a amostra antes da injeção. O ALS abaixa a agulha da seringa no frasco da amostra, carrega a amostra e a esvazia em uma das garrafas de descarte.

Sample Wash Volume (Volume da lavagem com amostra)—A quantidade de microlitros usados na lavagem com amostra.

Solvent A post washes (Pós-lavagens com solvente A)—O número de vezes que a seringa será lavada com o solvente da garrafa de solvente A.

Solvent A pre washes (Pré-lavagens com solvente A)—O número de vezes que a seringa será lavada com o solvente da garrafa de solvente A.

Solvent A wash volume (Volume da lavagem com solvente A)—A quantidade de microlitros usados na lavagem da amostra A.

Solvent B post washes (Pós-lavagens com solvente B)—O número de vezes que a seringa será lavada com o solvente da garrafa de solvente B.

Solvent B pre washes (Pré-lavagens com solvente B)—O número de vezes que a seringa será lavada com o solvente da garrafa de solvente B.

Solvent B wash volume (Volume da lavagem com solvente B)—A quantidade de microlitros usados na lavagem da amostra B.

Sample Draw Speed (Velocidade de recarga da amostra)—A velocidade do êmbolo da seringa durante a injeção da amostra.

Sample Disp Speed (Velocidade de ejeção da amostra)—A velocidade de injeção da amostra quando usando uma velocidade variável do êmbolo.

Solvent Draw Speed (Velocidade de recarga do solvente)—A velocidade do êmbolo da seringa durante a injeção de solvente, quando usando uma velocidade variável do êmbolo.

Sample Disp Speed (Velocidade de ejeção do solvente)—A velocidade de injeção do solvente quando usando uma velocidade variável do êmbolo.

Pre dwell time (Tempo pré-espera)—O tempo, em minutos, que a agulha da seringa permanece na entrada antes da injeção.

Post dwell (Tempo pós-espera)—O tempo, em minutos, que a agulha da seringa permanece na entrada após a injeção.

Sample offset (Desvio da amostra)—Permite variar a profundidade da amostragem.

Injection mode (Modo de injeção)—O tipo do modo de injeção.

Injection Reps (Repetições de injeção)—Se o modo de injeção é LVI (injeção de grande volume) com múltiplas repetições, a quantidade de repetições.

Injection Delay (Retardo de injeção)—Se o modo de injeção é LVI (injeção de grande volume) com múltiplas repetições, a duração do retardo entre repetições.

L2 volume (Volume L2)—Se o modo de injeção é o sanduíche de 2 ou 3 camadas, a quantidade de amostra usada na camada 2.

L2 Airgap volume (Volume do espaço de ar L2)—Se o modo de injeção é o sanduíche de 2 ou 3 camadas, a quantidade de ar usada entre a camada de amostra 1 e a camada de amostra 2.

L3 volume (Volume L3)—Se o modo de injeção é o sanduíche de 3 camadas, a quantidade de amostra usada na camada 3.

L3 Airgap volume (Volume do espaço de ar L3)—Se o modo de injeção é o sanduíche de 3 camadas, a quantidade de ar usada entre a camada de amostra 2 e a camada de amostra 3.

Tower LED (LED da torre)—Controla a luz do LED dentro da torre de injeção.

GC/MSD 5975E

A configuração dos parâmetros do ALS GC/MSD 5975E é a mesma do GC 7820A. Consulte "GCs 7890A e 7820A" na página 75.

LTM-GC/MSD 5975T

Configure todos os parâmetros do seu sistema de dados da Agilent. Consulte a ajuda do sistema de dados para obter detalhes.

Seringas e agulhas

O ALS 7650A usa seringas e agulhas como dispositivos de manuseio de amostras. Este capítulo descreve suas propriedades e usos.

Seleção de uma seringa

1 Selecione o tipo de seringa baseado na entrada usada e o volume da amostra que deseja injetar (Tabela 7 e Tabela 8).

Tabela 7 Seringas padrão

Tamanho nominal (ul)	Tamanho máximo de injeção (ul)
1	0,5
2	1
5	2,5
10	5
25	12,5
50	25
100	50

Tabela 8 Seringas de êmbolo com ponta de Teflon

Tamanho nominal (ul)	Tamanho máximo de injeção (ul)
10	5
25	12,5
50	25
100	50
250	125
500	250

2 Selecione uma seringa. Consulte o catálogo da Agilent sobre consumíveis e suprimentos para conhecer os números de peça e obter informações sobre como fazer seu pedido.

3 Selecione o calibre apropriado da agulha da seringa (Tabela 9).

Tabela 9 Seleção do calibre da agulha

Tipo de entrada	Tipo de coluna	Calibre da agulha
Empacotada com purga, dividida ou sem divisão (incluindo MMI e PTV)	Qualquer uma aplicável	Calibre 23 Calibre 26s ou Calibre 23/26s cônico

Use agulhas de seringa com ponta cônica. Não use agulhas com ponta aguda. Elas rasgam o septo de entrada e provocam vazamentos. Além disso, agulhas com ponta aguda tendem a deixar resíduos no septo quando saem, resultando em uma grande cauda de solvente no cromatograma (Figura 29 e Figura 30).

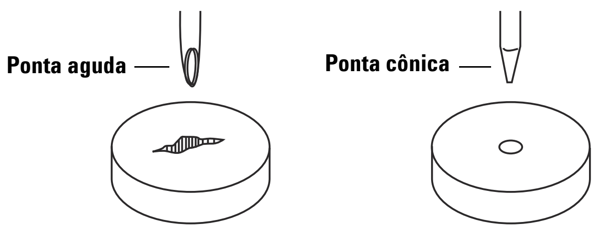


Figura 29 Pontas de agulha

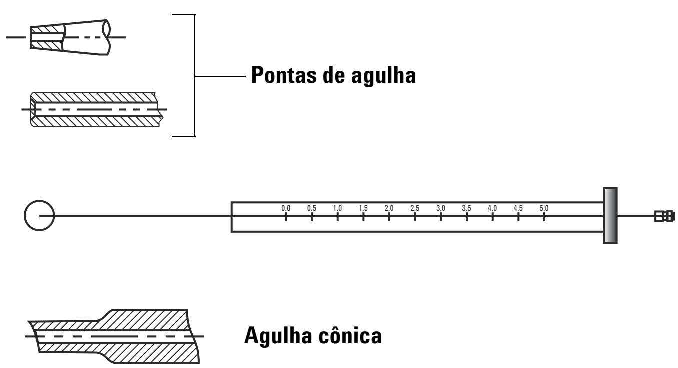


Figura 30 Formatos de agulha

Inspeção de uma seringa

Antes de instalar uma seringa:

1 Role a seringa na borda de uma superfície plana limpa. Se a ponta da agulha se mover descrevendo um círculo, retifique o eixo curvando-o ligeiramente próximo de onde ele se conecta ao cilindro da seringa e verifique novamente (Figura 31).

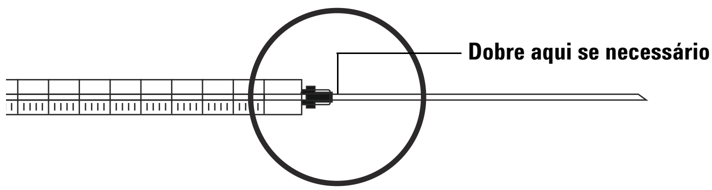


Figura 31 Inspeção da seringa

2 Verifique se a agulha está áspera. A superfície da agulha pode apresentar estrias concêntricas com espaçamento pequeno que atuam como uma lima em miniatura, removendo pedaços do septo que penetram na entrada ou no frasco. As estrias são fáceis de observar usando ampliação 10X.

   Se houver estrias, realize o polimento da agulha puxando-a através de um pedaço de lixa de papel fina preso entre seus dedos polegar e o indicador até que as estrias desapareçam. Tenha cuidado para não modificar a ponta da seringa.

3 Verifique se o êmbolo está prendendo. Deslize o êmbolo da seringa para cima e para baixo algumas vezes. Ele deve se mover suavemente, sem prender ou colar. Se ele estiver prendendo, remova-o e limpe com solvente.

Instalação de uma seringa

Para instalar uma seringa (Figura 32):

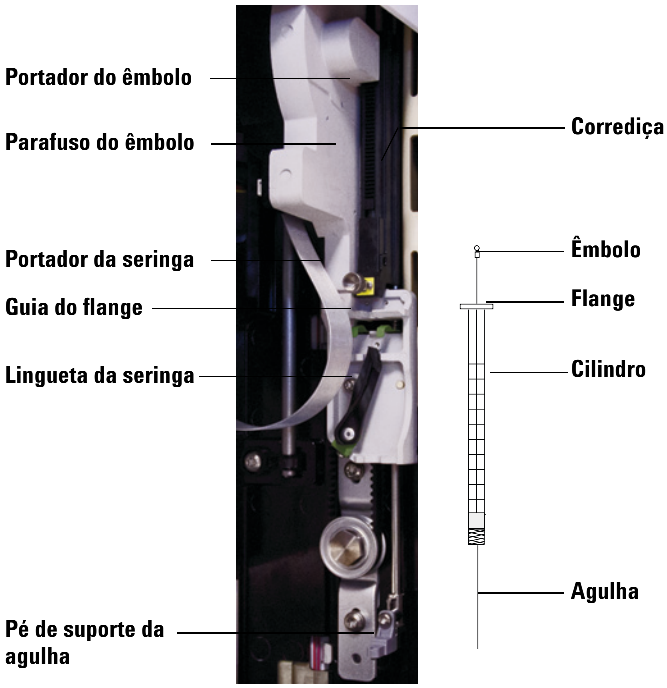


Figura 32 Instalação de uma seringa

1. Desconecte o cabo de comunicação do ALS e, se desejar, monte o ALS em um poste de estacionamento ou deite-o em uma bancada de trabalho.
2. Abra a porta do ALS.
3. Deslize o portador da seringa para a posição mais alta.
4. Abra a lingueta da seringa movendo-a na direção anti-horária.
5. Levante o portador do êmbolo até a posição mais alta.
6. Passe a agulha da seringa cuidadosamente pela guia no pé do suporte da agulha.

7 Alinhe o flange da seringa com a guia do flange e pressione a seringa para que se encaixe, mantendo a ponta da agulha na guia do pé do suporte da agulha. Certifique-se de que a aresta chata do flange da seringa esteja voltada para fora (Figura 33).

NOTA Instalar incorretamente o flange da seringa em sua guia causará danos ao êmbolo da seringa.

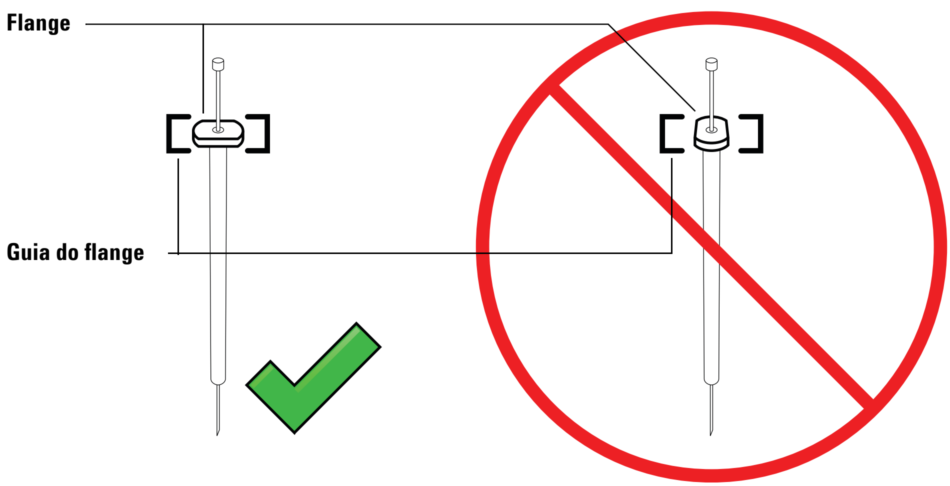


Figura 33 Orientação do flange da seringa

8 Feche a lingueta da seringa movendo-a no sentido horário até que ela se encaixe.

9 Afrouxe o parafuso do êmbolo completamente, girando-o no sentido anti-horário até atingir o batente.

10 Deslize o portador do êmbolo para baixo até que ele esteja completamente sobre o êmbolo da seringa e aperte o parafuso do êmbolo com os dedos.

11 Mova manualmente o portador do êmbolo para cima e para baixo. Se o êmbolo da seringa não se mover junto com o portador, repita as etapas anteriores até que a instalação esteja correta. Certifique-se de que o

parafuso de aperto manual do êmbolo esteja bem firme. Se o portador não estiver completamente fixado ao êmbolo da seringa, ele pode se soltar após algumas injeções.

CUIDADO A repetição deste movimento pode danificar a seringa.

12 Verifique se a agulha está dentro da guia do pé do seu suporte. A agulha deve estar reta e passar livremente pela guia.

Se a agulha estiver empenada ou fora da guia, remova a seringa e repita a instalação. Consulte a Figura 34 para saber como instalar uma seringa corretamente.



Figura 34 Portador da seringa e suporte para agulha com a seringa instalada

13 Feche a porta do ALS.

14 Siga este procedimento apenas se o ALS tiver sido removido do poste de montagem durante a instalação:

  a Caso necessário, conecte o cabo de comunicação do ALS.

  b Instale o ALS no poste de montagem. Consulte “Instalação do ALS" na página 38 para obter detalhes.

Remoção de uma seringa

Para remover uma seringa:

1 Desconecte o cabo de comunicação do ALS e, se desejar, monte o ALS em um poste de estacionamento.
2 Abra a porta do ALS.
3 Deslize o portador da seringa para a posição mais alta.
4 Afrouxe completamente o parafuso de aperto manual até que ele atinja o batente e, em seguida, levante o portador do êmbolo da seringa.
5 Abra a lingueta da seringa movendo-a na direção anti-horária.

CUIDADO

Cuidado para não empenar a agulha da seringa. Apenas puxe a seringa para fora do portador até que ela esteja livre. A agulha empena facilmente quando deixada na guia de suporte da agulha.

6 Puxe cuidadosamente o topo da seringa para fora da guia do flange, e em seguida levante a agulha do pé do seu suporte.

Para obter detalhes sobre como instalar uma seringa, consulte “Instalação de uma seringa" na página 83.

Substituição de agulha da seringa

As agulhas de aço inoxidável usadas nas injeções de 250 µm e 320 µm devem ser inseridas em um cilindro de seringa de vidro. Selecione a agulha de tamanho correto para a coluna a ser usada.

Agulhas para injeções de 250 µm possuem batentes na cor prata. Agulhas para injeções de 320 µm possuem batentes na cor ouro. Consulte o catálogo de suprimentos e itens de consumo da Agilent ou o website da empresa (www.agilent.com/chem) para obter a lista de seringas e agulhas.

Para inserir uma agulha no cilindro da seringa (Figura 35):

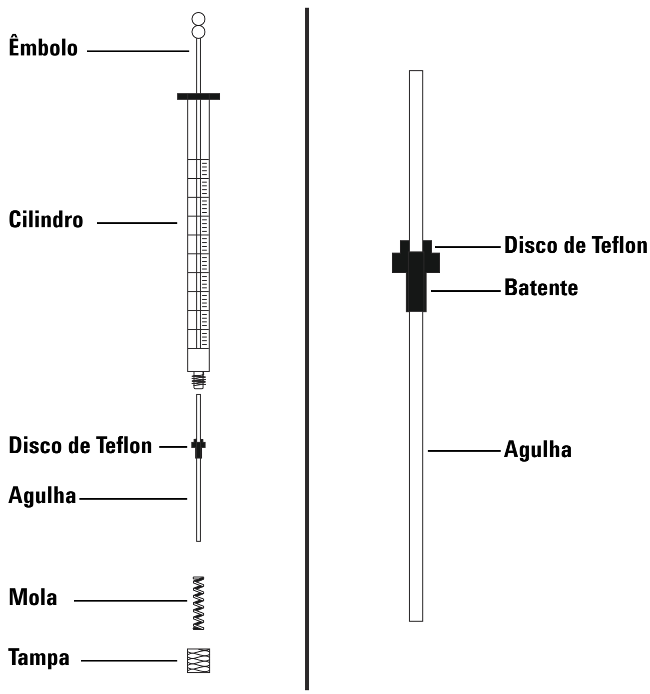


Figura 35 Partes da seringa

1 Desparafuse a tampa do cilindro da seringa e remova a mola.

2 Certifique-se de que a agulha tenha um disco de Teflon (Figura 35). Se o cilindro da seringa não estiver com um disco de Teflon, use as instruções na caixa da seringa para você mesmo envolver a agulha.

3 Insira a mola e a tampa na agulha.

4 Insira a agulha no cilindro da seringa.

5 Parafuse a tampa de volta no cilindro da seringa.

Frascos e garrafas

Este capítulo descreve os frascos de amostra, as garrafas de solvente e as garrafas de descarte, incluindo como colocá-las na torre. Ele também mostra como estimar o número máximo de amostras que podem ser executadas antes que as garrafas de solvente sejam cheias novamente ou as garrafas de descarte esvaziadas.

Preparação de um frasco de amostra

Selecionar um frasco de amostra

Use frascos de amostra transparentes ou âmbar com tampas crimpadas ou tampas roscadas. Use frascos de vidro âmbar para amostras sensíveis à luz. Consulte o catálogo da Agilent sobre consumíveis e suprimentos para conhecer os tipos de frascos aceitáveis. Frascos de amostra incompatíveis causam erros de torre.

A Figura 36 mostra as dimensões críticas para frascos de amostra usados com o ALS. Essas dimensões não compensam um conjunto completo de especificações.

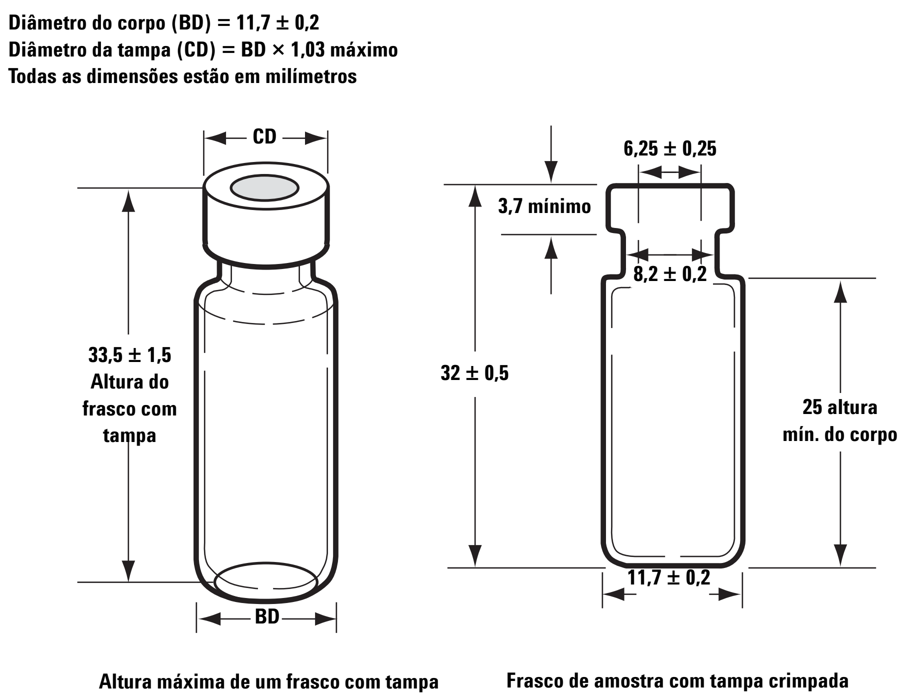


Figura 36 Dimensões do frasco de amostra

Selecionar um septo de frasco

Há dois tipos de septos usados com tampas crimpadas e tampas roscadas, cada um com diferentes características de vedação após aberto e resistência a solventes.

- Um tipo é fabricado com uma fórmula de borracha natural revestida com Teflon no lado da amostra. Esse septo é adequado para amostras com intervalo de pH 4.0 a 7.5. Eles são menos resistentes a solventes após serem perfurados e são mais susceptíveis de terem o centro removido do que os septos feitos com borracha de silicone. A remoção do centro pode depositar pedaços do septo no frasco e afetar os cromatogramas.
- Outro tipo é o septo fabricado com borracha de silicone de alta qualidade e baixa possibilidade de extração, revestido com Teflon em um ou nos dois lados. Eles são mais resistentes a solventes após serem perfurados e terem o centro removido pela agulha.

Consulte o catálogo da Agilent sobre consumíveis e suprimentos para obter mais informações.

A Figura 37 mostra o diâmetro das aberturas das tampas de frascos.

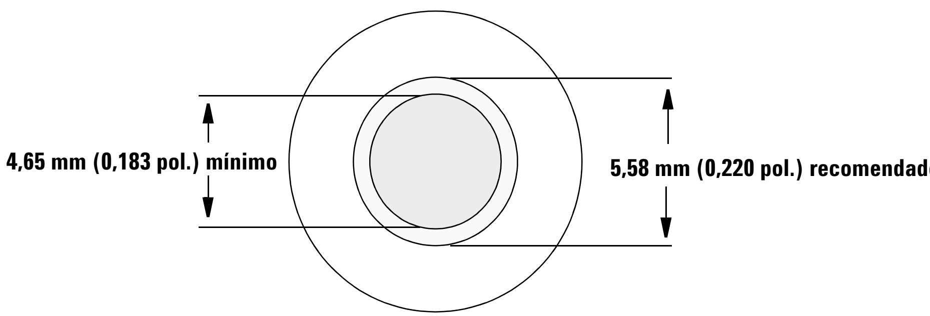


Figura 37 Especificações da abertura das tampas de frascos

Rotular um frasco de amostra

Alguns frascos estão disponíveis com um ponto para fácil marcação. Se você optar por fazer e aplicar seus próprios rótulos, a Agilent Technologies recomenda o posicionamento e a espessura máxima do rótulo mostrados na Figura 38.

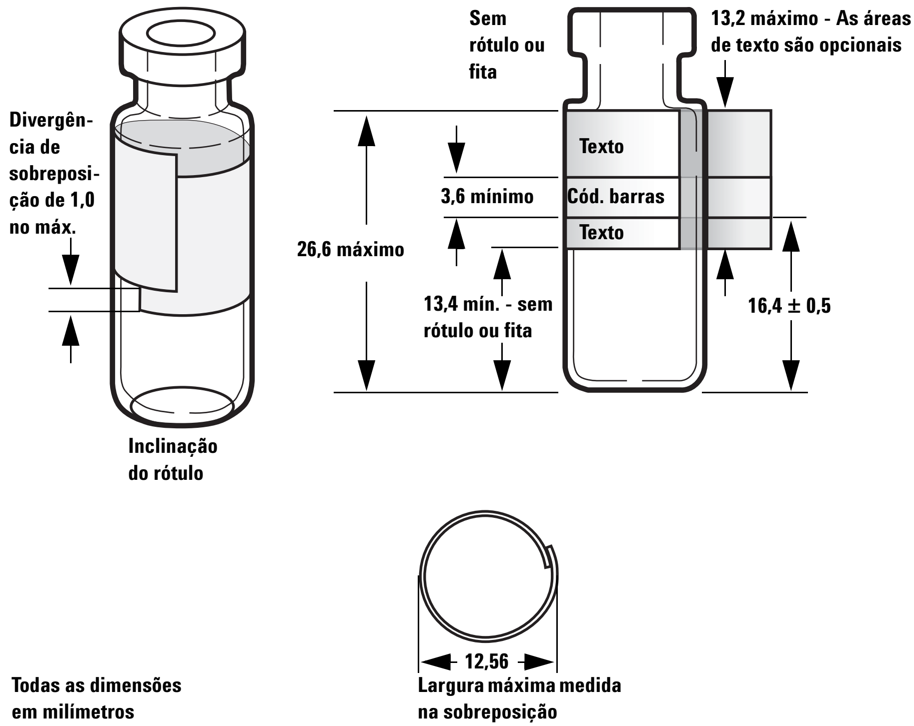


Figura 38 Dimensões do rótulo do frasco de amostra

CUIDADO

As dimensões corretas do frasco de amostra são fundamentais para o funcionamento correto. Os frascos e os rótulos que não atendem a essas especificações podem causar erros do amostrador. Chamados de manutenção e reparos causados por frascos e microfrascos que não atendem a essas especificações não são cobertos pela garantia ou pelo contrato de manutenção.

Encher um frasco de amostra

A Figura 39 mostra os valores de enchimento recomendados para frascos de amostra de:

- 1 ml para o frasco de 2 ml
- 50 µl para o frasco de 100 µl

O espaço de ar no frasco é necessário para evitar a formação de vácuo quando a amostra é carregada. Isso poderia afetar a reprodutibilidade.

CUIDADO Não injete ar nos frascos para evitar esse vácuo. Isso frequentemente danifica a vedação da tampa e pode danificar as agulhas da seringa.

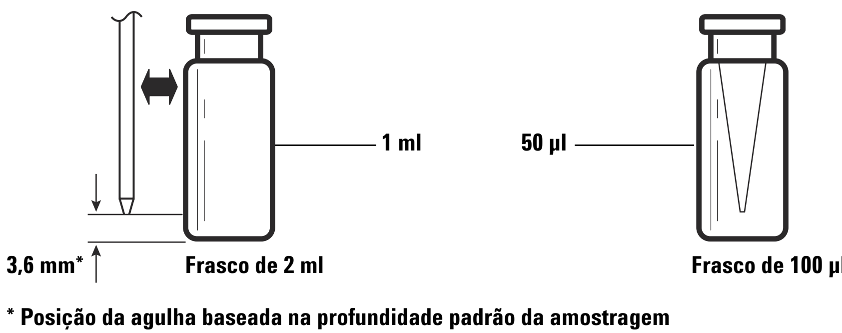


Figura 39 Volumes de enchimento recomendados para os frascos de amostra

Quando desenvolver o seu método, tenha em mente o seguinte:

- Se você precisa testar uma grande quantidade da amostra em repetidas injeções, divida a amostra entre vários frascos para obter resultados confiáveis.
- Quando o volume da amostra no frasco está baixo, os contaminantes da injeção de amostra ou da lavagem com solvente anterior pode afetar a amostra significativamente.

Se você trocar de fornecedor, pode ser necessário desenvolver novamente o seu método. Diferentes práticas de fabricação do material do frasco algumas vezes provocam variações nos resultados.

Tampar um frasco de amostra

CUIDADO Se estiver usando um frasco de amostra com tampa roscada, certifique-se de tê-la fechado completamente antes de usar.

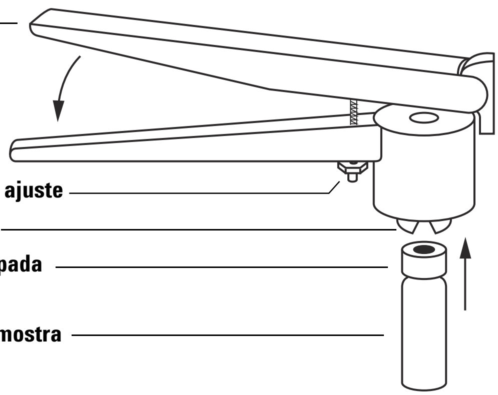


Figura 40 Tampas crimpadas

Para instalar uma tampa crimpada hermética ao ar:

1 Limpe as superfícies internas dos mordentes do crimpador.
2 Coloque a tampa crimpada em cima do frasco.
3 Levante o frasco até o crimpador. Aperte a alavanca até que ela alcance o parafuso de ajuste.

A Figura 41 mostra tampas de frasco aceitáveis e inaceitáveis.

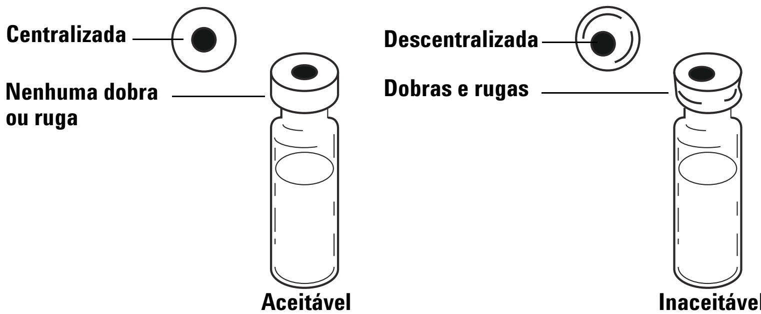


Figura 41 Tampas aceitáveis e inaceitáveis

Verifique a correta crimpagem de cada frasco:

1 Certifique-se de que não há dobras ou rugas na parte da tampa que envolve o pescoço do frasco. Para remover dobras ou rugas, gire o frasco cerca de 10° e crimpe-o novamente. Ajuste o crimpador para uma crimpagem mais folgada girando o parafuso de ajuste no sentido horário.

2 A tampa deve ser apertada com os dedos. Se a tampa estiver frouxa, ajuste o crimpador para um crimpagem mais apertada girando o parafuso de ajuste no sentido anti-horário. Crimpe a tampa novamente. Se a tampa estiver muito apertada, o septo será distorcido e o frasco pode vazar.

3 Garanta que cada tampa tenha um septo plano centralizado sobre a parte superior do frasco.

- Se o septo não estiver plano, remova a tampa, gire o parafuso de ajuste do crimpador no sentido horário, e tente novamente.
- Se a tampa não estiver centralizada, remova-a e garanta que a nova tampa esteja plana sobre o frasco antes de pressionar o crimpador.

Preparação das garrafas de solvente e descarte

As garrafas de solvente são usadas para enxaguar a seringa com solvente antes das injeções. O ALS 7650A descarta as lavagens com amostra e com solvente nas garrafas de descarte. O número de amostras analisadas pode ser limitado pela capacidade da garrafa de lavagem ou de descarte.

Selecionar as garrafas

Garrafas de solvente e de descarte podem ser fechadas com tampas de difusão (uma tampa plástica com furo que retarda a evaporação e deixa agulha entrar livremente) ou septos. A Agilent Technologies recomenda as tampas de difusão (Figura 42) em lugar dos septos por duas razões:

- A tampa de difusão permite realizar múltiplas entradas em uma garrafa sem contaminar o líquido em seu interior com pequenos pedaços do material do septo.
- No caso de solventes comuns, a taxa de difusão para fora da garrafa é menor quando se usa a tampa de difusão do que um septo que tenha sido perfurado várias vezes com uma agulha padrão de seringa.

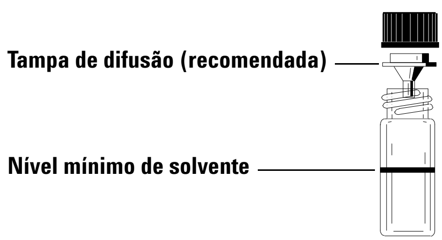


Figura 42 Garrafa de quatro mililitros usada para solvente ou descarte

Encher as garrafas de solvente

Enxágue e encha cada garrafa de solvente com 4 ml de solvente novo. O nível do líquido deve estar próximo do ombro da garrafa. As boas práticas de laboratório recomendam o uso de não mais que 2,0 ml dos 4 ml de solvente nas lavagens de seringa. A ponta da agulha carrega o solvente a 18,5 mm do fundo do frasco (Figura 43).

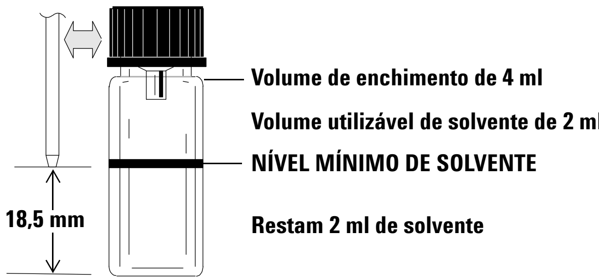


Figura 43 Posição da ponta da agulha quando carregando solvente

Preparar as garrafas de descarte

Esvazie e enxágue todas as garrafas de descarte após cada operação de múltiplos frascos. A seringa pode injetar cerca de 4 ml na garrafa de descarte (Figura 44).

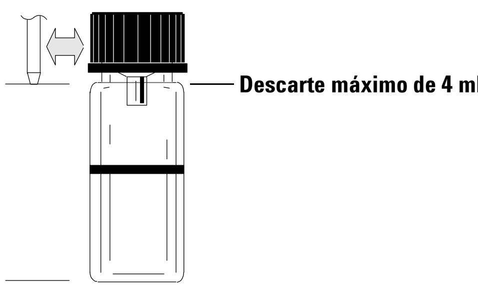


Figura 44 Posição da ponta da agulha quando descarregando descarte

Colocação de frascos e garrafas na torre

A torre fornecida com o 7650A ALS possui 50 posições de amostra, quatro posições de solvente e quatro posições de descarte (Figura 45).

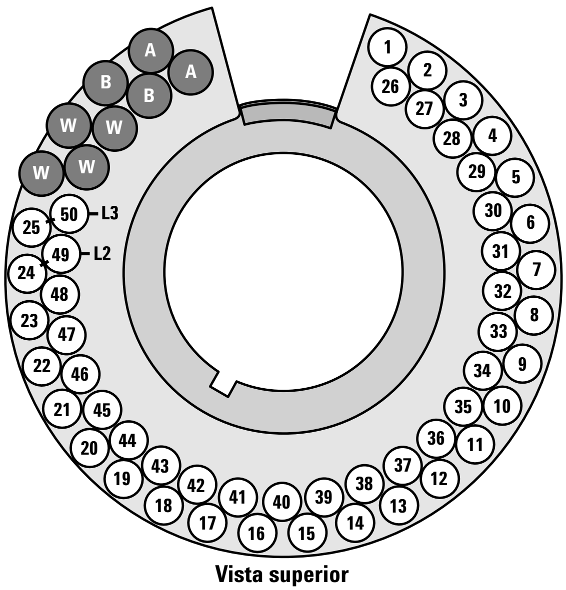


Figura 45 Rótulos da torre

As posições rotuladas estão definidas na Tabela 10.

Tabela 10 Rótulos da torre

Posição	**Rótulo**	**Garrafa/frasco**
1 a 25	1 a 25	Frascos de amostra, linha 1
26 a 50	26 a 50	Frascos de amostra, linha 2
L2	24 e 49	Posições de frasco de amostra configuráveis Frascos da camada 2
L3	25 e 50	Posições de frasco de amostra configuráveis Frascos da camada 3
W	W	Garrafas de descarte
A	A	Garrafas de solvente A
B	B	Garrafas de solvente B

Quantos frascos de amostra eu posso usar em uma operação?

O número de frascos de amostra que você pode usar de uma vez em cada operação é determinado pelos seguintes parâmetros de sua aplicação:

- O número de injeções por frasco de amostra.
- O tamanho da seringa utilizada: 1 µl a 500 µl.
- O volume de lavagem da seringa (Tabela 11)
- O número de lavagens necessárias com solvente (pré e pós-injeção) de cada garrafa de solvente.
- O número de lavagens com amostra e com solvente em cada injeção de amostra que o ALS expele em cada garrafa de descarte.
- O número de garrafas de descarte.

Tabela 11 Volumes de lavagem de seringa

Tamanho da seringa em µl	80% do volume da seringa em µl	40% do volume da seringa em µl	30% do volume da seringa em µl	20% do volume da seringa em µl	10% do volume da seringa em µl
1	0,8	0,4	0,3	0,2	0,1
2	1,6	0,8	0,6	0,4	0,2
5	4	2	1,5	1	0,5
10	8	4	3	2	1
25	20	10	7,5	5	2,5
50	40	20	15	10	5
100	80	40	30	20	10
250	200	100	75	50	25
500	400	200	150	100	50

Equação da garrafa de solvente

CUIDADO O número de frascos de amostra apresentado por estas equações é estimado. Características de solvente, tais como taxa de evaporação e tensão superficial podem afetar a capacidade das garrafas.

Esta equação estima o número máximo de frascos de amostra que você pode usar com **uma** garrafa de solvente.

Número máximo de frascos de amostra **por garrafa de solvente**

$$= \frac{2000}{V_W \times N_{SI} \times N_{SW}}$$

onde:

V_W = Volume da lavagem em µl obtido na Tabela 11

N_{SI} = Número de injeções obtidas em cada frasco de amostra

N_{SW} = Número de lavagens com solvente (pré e pós) por amostra injetada

Equação da garrafa de descarte

Esta equação estima o número máximo de frascos de amostra que você pode usar com uma garrafa de descarte.

Número máximo de frascos de amostra por garrafa de descarte utilizada (W)

$$= \frac{V_{Descarte}}{W_{Lavagem} \times N_{SI} \times N_{SS}}$$

onde:

$V_{Descarte}$ = Volume das garrafas de descarte usadas em µm. Use 4000.

$V_{Lavagem}$ = Volume da lavagem em µl obtido na Tabela 11.

N_{SI} = Número de injeções obtidas em cada frasco de amostra.

N_{SS} = Número total de lavagens pré e pós-solvente A ou solvente B e lavagens com amostra por amostra injetada. Quando utilizar ambos os solventes A e B, a lavagem com amostra é dividida igualmente entre ambas as garrafas de descarte em cada linha.

CUIDADO Recomendamos com empenho que *todas* as posições de descarte contenham garrafas *todo* o tempo, independentemente de quais estão realmente sendo usadas na configuração atual. Isso protege contra descarga acidental de solvente no corpo da torre, danificando-a.

Uso reduzido de solvente e amostra

As lavagens com solvente e com amostra usam 80% da capacidade da seringa, por padrão. É possível economizar solvente e amostra reduzindo esse volume. Isso é feito ajustando a configuração de economia de solvente.

CUIDADO É necessário utilizar seringas com ponta de Teflon para lubrificar as paredes do cilindro. Seringas padrão apresentam defeito em pouco tempo devido a lubrificação limitada.

A lavagem com solvente pode ser configurada para usar menos que os 80% normais. Isso modifica o processo de lavagem com solvente da seguinte maneira:

1 A seringa carrega o solvente de acordo com o percentual especificado, que pode ser tão pouco quanto 10% do tamanho da seringa.
2 A seringa e a agulha são retiradas da garrafa de solvente.
3 O êmbolo se eleva até a marca de 80%, enxaguando o cilindro da seringa com solvente seguido de ar.
4 O solvente e o ar são descartados em uma garrafa de descarte.

Verifique se o resquício de amostra (consulte “Resquício de amostra”) não é um problema com as lavagens reduzidas com solvente.

Injeções-sanduíche

O ALS 7650A é capaz de extrair líquido de vários frascos para criar injeções em múltiplas camadas, ou injeções-sanduíche. Cada camada de amostra, padrão interno ou solvente pode ser separada por uma camada de ar (de 0% a 10% do tamanho da seringa). A Figura 46 e a Figura 47 mostram exemplos de injeções-sanduíche com 2 e 3 camadas.

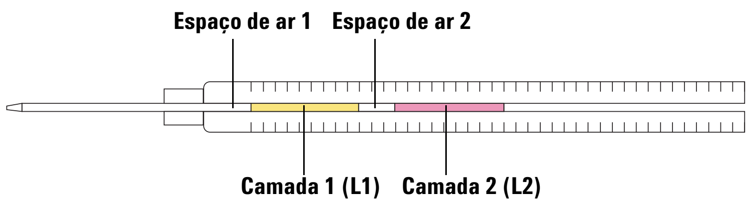


Figura 46 Injeção-sanduíche de duas camadas

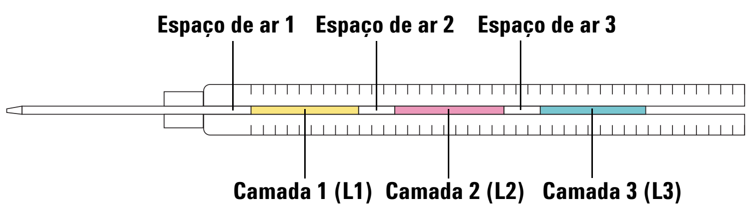


Figura 47 Injeção-sanduíche de três camadas

Ao carregar frascos para injeções-sanduíche, consulte a Figura 48 e observe o seguinte:

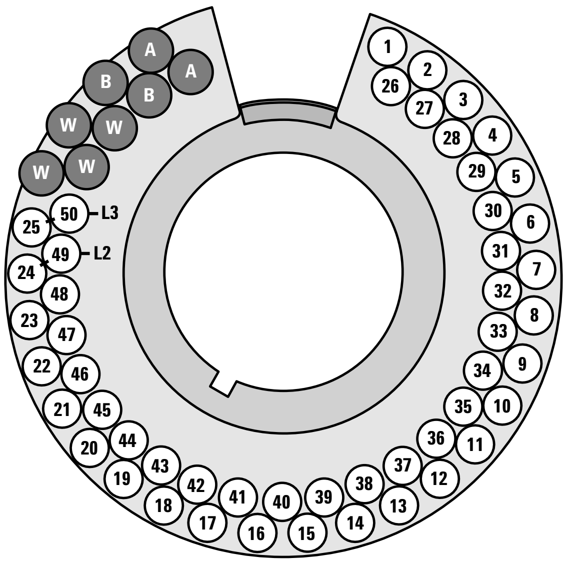


Figura 48 Locais de frascos na torre

- **Linha 1** (linha externa) - A torre adiciona L2 na posição 24 e L3 na posição 25. L1 é sempre o frasco de amostra ativo para as posições 1 a 23 (ou 1 a 24 se L3 não for usado).
- **Linha 2** (linha interna) - A torre adiciona L2 na posição 49 e L3 na posição 50. L1 é sempre o frasco de amostra ativo para as posições 26 a 48 (ou 26 a 49 se L3 não for usado).

Os exemplos a seguir consideram o uso de um GC 7820A com ALS instalado na entrada frontal. Consulte “Configuração dos parâmetros do ALS” para obter mais informações.

Exemplo de injeção-sanduíche de 2 camadas

Suponhamos que você deseja criar uma injeção-sanduíche de 2 camadas usando 2,0 µl de amostra e 15 µl de solvente separados por 0,10 µl de espaços de ar (Figura 49).

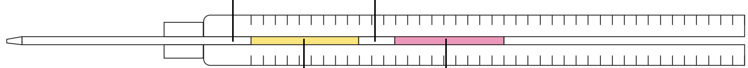


Figura 49 Exemplo de injeção-sanduíche de 2 camadas com 2,0 µl de amostra e 15 µl de solvente

1 Coloque o frasco de amostra (L1) na posição **1** da torre.
2 Coloque o frasco de solvente (L2) na posição **L2** da torre (posições 24 ou 49).
3 Pressione **[Front Injector]** no teclado de software.
4 Acesse **Injection Mode** e selecione **2-LAYER**.
5 Ajuste os seguintes parâmetros para o ALS:
   - `Injection volume` (Volume da injeção) — **2,0 µl**
   - `Airgap Volume` (Volume do espaço de ar) — **0,10 µl**
   - `L2 volume` (Volume L2) — **15 µl**
   - `L2 Airgap Volume` (Volume do espaço de ar L2) — **0,10 µl**

   Observe que, nos modos de injeção de 2 e 3 camadas, **Injection volume** e **Airgap volume** representam os parâmetros da camada 1 (L1).

6 Armazene os parâmetros do método:

a Pressione **[Method]** no teclado de software.

b Acesse um número de método que esteja disponível.

c Pressione **[Store]** para selecionar o número do método.

d Pressione **[Yes]** para confirmar.

7 Configure a sequência da injeção-sanduíche:

a Pressione **[Seq]** no teclado de software.

b Acesse **Method #** em **Subseq 1** e pressione **[On/Yes].**

c Digite o número do método obtido na etapa 6 usando o teclado de software e pressione **[Enter]** para confirmar.

d Role até **Samples** e pressione **[1] [.] [1]** para ajustar o intervalo do frasco na torre e, em seguida, pressione **[Enter]** para confirmar.

8 Execute a sequência da injeção-sanduíche:

a Pressione **[Seq control]** no teclado de software.

b Role até **Start sequence** e pressione **[Enter]**. A sequência da injeção-sanduíche é iniciada.

Exemplo de injeção-sanduíche de 3 camadas

Suponhamos que você deseja criar uma injeção-sanduíche de 3 camadas usando 10 µl de solvente A, 2,0 µl de amostra e 15 µl de solvente B separados por 0,10 µl de espaços de ar (Figura 50).

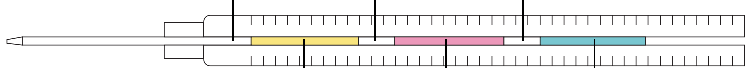


Figura 50 Exemplo de injeção-sanduíche de 3 camadas com 10 µl de solvente A, 2,0 µl de amostra e 15 µl de solvente B

1 Coloque o frasco de solvente A (L1) na posição **1** da torre.
2 Coloque o frasco de amostra (L2) na posição **L2** da torre.
3 Coloque o frasco de solvente B (L3) na posição **L3** da torre. Consulte a Figura 48 na página 107 para visualizar a posição da torre.
4 Pressione **[Front Injector]** no teclado de software.
5 Acesse **Injection Mode** e selecione **3-LAYER**.
6 Ajuste os seguintes parâmetros para o ALS:
   - `Injection volume` (Volume da injeção)—**10 µl**
   - `Airgap Volume` (Volume do espaço de ar)—**0,10 µl**
   - `L2 volume` (Volume L2)—**2 µl**
   - `L2 Airgap Volume` (Volume do espaço de ar L2)—**0,10 µl**
   - `L3 volume` (Volume L2)—**15 µl**
   - `L3 Airgap Volume` (Volume do espaço de ar L2)—**0,10 µl**

   Observe que, nos modos de injeção de 2 e 3 camadas, **Injection volume** e **Airgap volume** representam os parâmetros da camada 1 (L1).

7 Armazene os parâmetros do método:

  a Pressione **[Method]** no teclado de software.

  b Acesse um número de método que esteja disponível.

  c Pressione **[Store]** para selecionar o número do método.

  d Pressione **[Yes]** para confirmar.

8 Configure a sequência da injeção-sanduíche:

  a Pressione **[Seq]** no teclado de software.

  b Acesse **Method #** em **Subseq 1** e pressione **[On/Yes].**

  c Digite o número do método obtido na etapa 7 usando o teclado de software e pressione **[Enter]** para confirmar.

  d Role até **Samples** e pressione **[1] [.] [1]** para ajustar o intervalo do frasco na torre e, em seguida, pressione **[Enter]** para confirmar.

9 Execute a sequência da injeção-sanduíche:

  a Pressione **[Seq Control]** no teclado de software.

  b Role até **Start sequence** e pressione **[Enter]**. A sequência da injeção-sanduíche é iniciada.

Execução de amostras

Este capítulo descreve o processo para executar uma ou mais amostras.

Execução de uma amostra

AVISO **Quando executar uma amostra, não toque na agulha da seringa. A agulha é afiada e pode conter produtos químicos perigosos.**

Para operar o seu amostrador de líquidos automático:

1. Instale uma seringa limpa. Consulte "Instalação de uma seringa" na página 121.
2. Encha as garrafas de solvente. Consulte "Preparação das garrafas de solvente e descarte" na página 98.
3. Coloque as garrafas de solvente e de descarte na torre. Consulte "Colocação de frascos e garrafas na torre" na página 100.
4. Carregue o frascos de amostra na torre. Consulte "Preparação de um frasco de amostra" na página 92.
5. Prepare a sequência do instrumento. Consulte os documentos do instrumento ou do sistema de dados.
6. Execute a sequência pressionando o botão de início no instrumento ou no sistema de dados. Quando o instrumento estiver pronto, o ALS inicia as injeções.

Volume de injeção

O volume de injeção depende do tamanho da amostra e do tamanho da seringa.

- As seringas podem ser de 1 µl, 2 µl, 5 µl, 10 µl, 25 µL, 50 µl ou 100 µl quando utilizando o portador de seringa padrão.
- A seringa pode ter os tamanhos de 250 µl ou 500 µl quando utilizando o portador de seringa com manipulação aprimorada de amostra.
- A amostra pode ter 1-50% do tamanho da seringa em incrementos de 1%.

Interrupção de uma operação ou sequência

Os seguintes eventos interrompem uma operação:

- Quedas de energia—A alimentação elétrica do instrumento controlador é interrompida.
- Comandos de parada—[**Stop**] foi pressionado no instrumento, ou a opção Stop Run/Abort foi selecionada no sistema de dados da Agilent.
- Falhas de segurança ou do operador—O amostrador reconhece estas falhas:
  - A porta do ALS foi aberta
  - Erro da torre
  - Erro do êmbolo
  - O ALS foi movido no instrumento durante a injeção

Resposta do amostrador a interrupções

Se a interrupção foi causada por um problema reconhecido pelo amostrador, uma mensagem aparece no instrumento ou no sistema de dados da Agilent. Para obter mais informações, consulte “Mensagens de erro" na página 165.

- Queda de energia—Cancela a operação. Reinicie a sequência (veja abaixo).
- Comandos de parada—Interrompem a operação. Reinicie a sequência (veja abaixo).
- Falhas de segurança ou do operador—Cancela a operação. Reinicie a sequência (veja abaixo).

Reiniciar uma sequência interrompida

Para reiniciar uma sequência no ponto em que foi interrompida:

1. Resolva o problema que causou a interrupção.
2. O ALS inicia a operação automaticamente com o próximo frasco na sequência.

   Isso permite que a operação normal continue após uma interrupção sem atrasar toda a sequência.

Parte 5:

Manutenção e solução de problemas

Manutenção

As informações contidas neste capítulo auxiliarão você a manter o amostrador funcionando corretamente.

Manutenção periódica

Esta seção contém algumas sugestões para assegurar o bom desempenho do ALS 7650A. O intervalo de manutenção varia de acordo com o uso do instrumento.

CUIDADO Não use lubrificantes no ALS. Eles podem afetar o desempenho químico e danificar o instrumento.

CUIDADO Quando limpar o instrumento, conforme descrito a seguir, use um pano úmido (e não molhado!) que não deixe fiapos. Não use produtos químicos de limpeza.

Ocasionalmente:

- ✔ Alinhe o ALS. Consulte “Alinhamento do ALS 7650A" na página 146 para obter detalhes.
- ✔ Limpe a torre e outras superfícies.
- ✔ Limpe quaisquer resíduos de derramamentos do defletor de calor embaixo da torre. Consulte “Troca da torre" na página 126 para obter detalhes.
- ✔ Limpe a guia de suporte da agulha e as superfícies próximas no ALS. Poeira e sujeira se acumulam nessas áreas e podem ser capturadas pela agulha da seringa e levadas até a entrada.
- ✔ Inspecione a guia de suporte da agulha para verificar sinais de desgaste, substituindo se necessário. Consulte “Substituição do guia de suporte da agulha" na página 133 para obter detalhes.
- ✔ Limpe as superfícies e a porta do ALS.
- ✔ Passe o aspirador em locais onde foi encontrada poeira e em torno das aberturas de ventilação do ALS.
- ✔ Certifique-se de que o poste de montagem do ALS esteja firme.
- ✔ Verifique se todos os cabos estão firmemente conectados.

Instalação de uma seringa

Para instalar uma seringa (Figura 51):

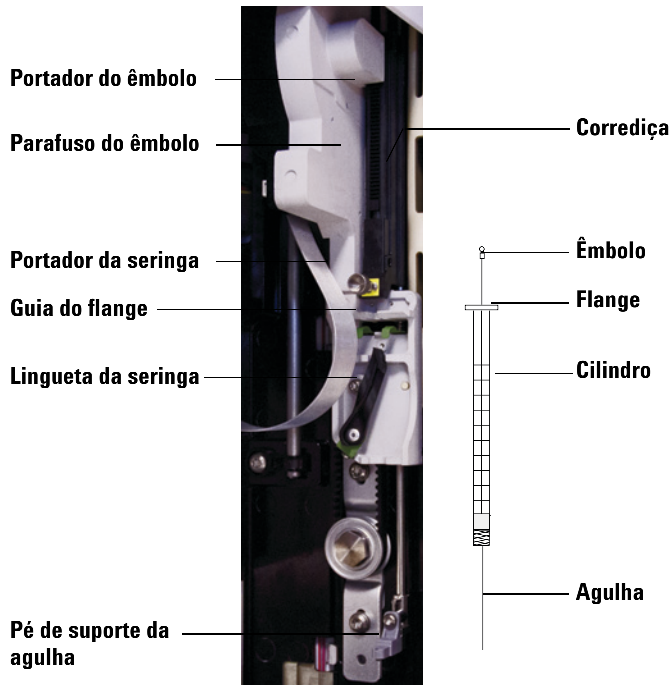


Figura 51 Instalação de uma seringa

1. Desconecte o cabo de comunicação do ALS e, se desejar, monte o ALS em um poste de estacionamento ou deite-o em uma bancada de trabalho.
2. Abra a porta do ALS.
3. Deslize o portador da seringa para a posição mais alta.
4. Abra a lingueta da seringa movendo-a na direção anti-horária.
5. Levante o portador do êmbolo até a posição mais alta.
6. Passe a agulha da seringa cuidadosamente pela guia no pé do suporte da agulha.

7 Alinhe o flange da seringa com a guia do flange e pressione a seringa para que se encaixe, mantendo a ponta da agulha na guia do pé do suporte da agulha. Certifique-se de que a aresta chata do flange da seringa esteja voltada para fora (Figura 52).

NOTA Instalar incorretamente o flange da seringa em sua guia causará danos ao êmbolo da seringa.

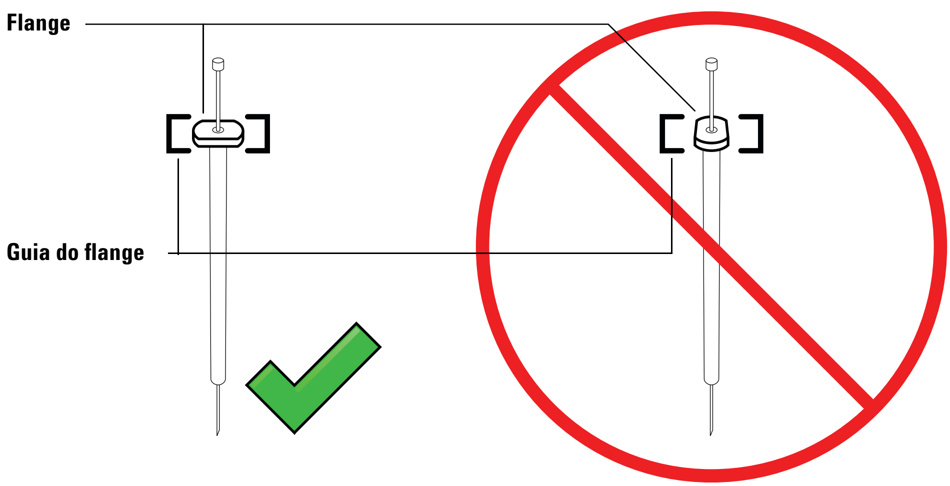


Figura 52 Orientação do flange da seringa

8 Feche a lingueta da seringa movendo-a no sentido horário até que ela se encaixe.

9 Afrouxe o parafuso do êmbolo completamente, girando-o no sentido anti-horário até atingir o batente.

10 Deslize o portador do êmbolo para baixo até que ele esteja completamente sobre o êmbolo da seringa e aperte o parafuso do êmbolo com os dedos.

11 Mova manualmente o portador do êmbolo para cima e para baixo. Se o êmbolo da seringa não se mover junto com o portador, repita as etapas anteriores até que a instalação esteja correta. Certifique-se de que o

parafuso de aperto manual do êmbolo esteja bem firme. Se o portador não estiver completamente fixado ao êmbolo da seringa, ele pode se soltar após algumas injeções.

CUIDADO A repetição deste movimento pode danificar a seringa.

12 Verifique se a agulha está dentro da guia do pé do seu suporte. A agulha deve estar reta e passar livremente pela guia.

Se a agulha estiver empenada ou fora da guia, remova a seringa e repita a instalação. Consulte a Figura 53 para saber como instalar uma seringa corretamente.

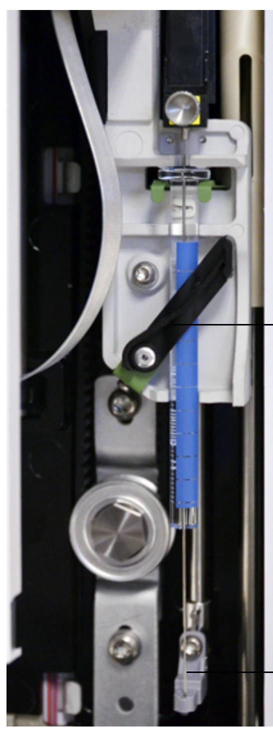


Figura 53 Portador da seringa e suporte para agulha com a seringa instalada

13 Feche a porta do ALS.

14 Siga este procedimento apenas se o ALS tiver sido removido do poste de montagem durante a instalação:

   a Caso necessário, conecte o cabo de comunicação do ALS.

   b Instale o ALS no poste de montagem. Consulte “Instalação do ALS" na página 38 para obter detalhes.

Remoção de uma seringa

Para remover uma seringa:

1 Desconecte o cabo de comunicação do ALS e, se desejar, monte o ALS em um poste de estacionamento.
2 Abra a porta do ALS.
3 Deslize o portador da seringa para a posição mais alta.
4 Afrouxe completamente o parafuso de aperto manual até que ele atinja o batente e, em seguida, levante o portador do êmbolo da seringa.
5 Abra a lingueta da seringa movendo-a na direção anti-horária.

CUIDADO Cuidado para não empenar a agulha da seringa. Apenas puxe a seringa para fora do portador até que ela esteja livre. A agulha empena facilmente quando deixada na guia de suporte da agulha.

6 Puxe cuidadosamente o topo da seringa para fora da guia do flange, e em seguida levante a agulha do pé do seu suporte.

Para obter detalhes sobre como instalar uma seringa, consulte “Instalação de uma seringa" na página 83.

Troca da torre

A torre fornecida com o 7650A ALS possui 50 posições de amostra, quatro posições de solvente e quatro posições de descarte (Figura 54).

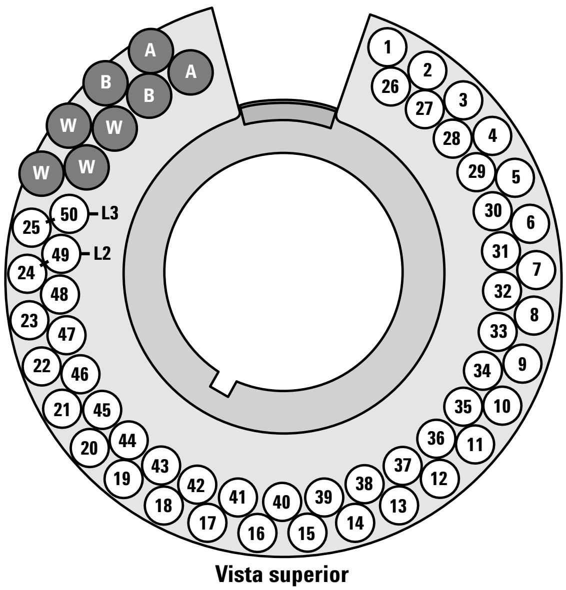


Figura 54 Rótulos da torre

As posições rotuladas estão definidas na Tabela 12.

Tabela 12 Rótulos da torre

Posição	Rótulo	Garrafa/frasco
1 a 25	1 a 25	Frascos de amostra, linha 1
26 a 50	26 a 50	Frascos de amostra, linha 2
L2	24 e 49	Posições de frasco de amostra configuráveis Frascos da camada 2
L3	25 e 50	Posições de frasco de amostra configuráveis Frascos da camada 3
W	W	Garrafas de descarte
A	A	Garrafas de solvente A
B	B	Garrafas de solvente B

Para trocar a torre, siga as instruções apresentadas a seguir.

Remover a torre

1 Remova todos os frascos da torre.
2 Abra a porta do ALS.
3 Remova a seringa. Consulte "Remoção de uma seringa" na página 125.
4 Enquanto segura a torre firmemente com uma das mãos, gire sua calota no sentido anti-horário até que ela se solte do cubo do motor da torre (Figura 55).

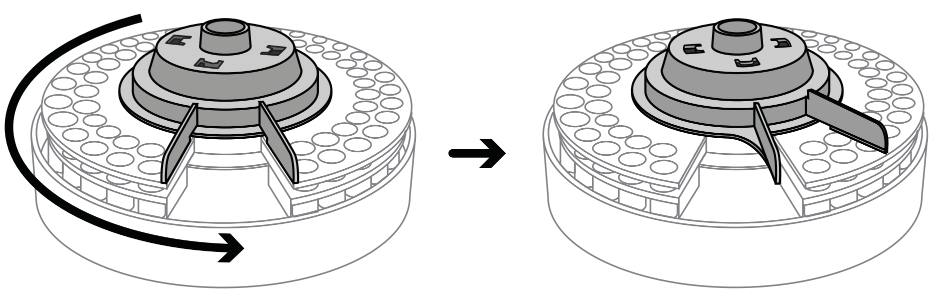


Figura 55 Girar a calota da torre no sentido anti-horário

5 Levante a calota da torre para removê-la do ALS.

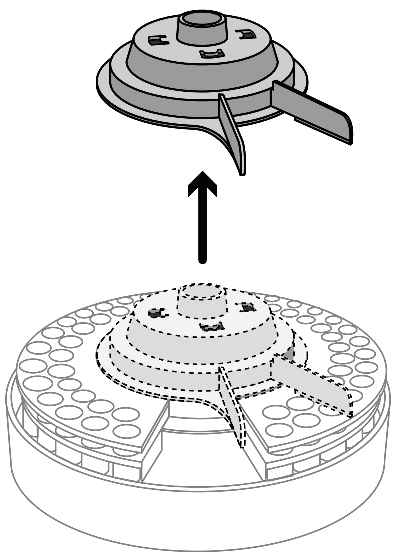


Figura 56 Remoção da torre

6 Levante a torre do cubo do motor cuidadosamente e remova-a do ALS (Figura 57). Evite entrar em contato com o defletor de calor e o gabinete do ALS quando remover a torre.

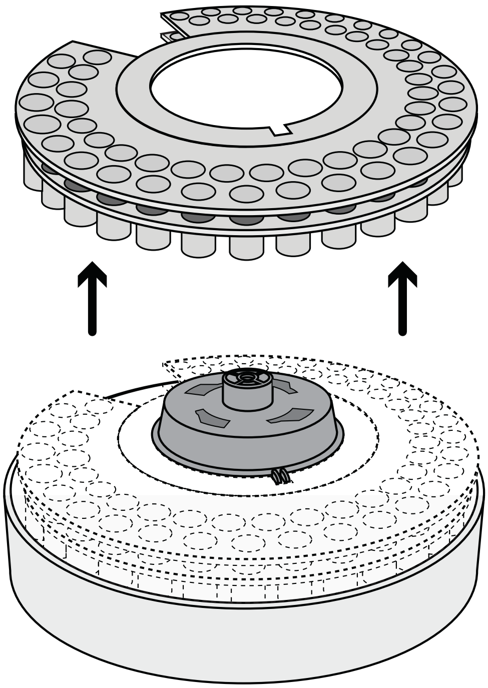


Figura 57 Remoção da torre

Instalar a torre

Para instalar a torre:

1 Abra a porta do ALS (Figura 58).

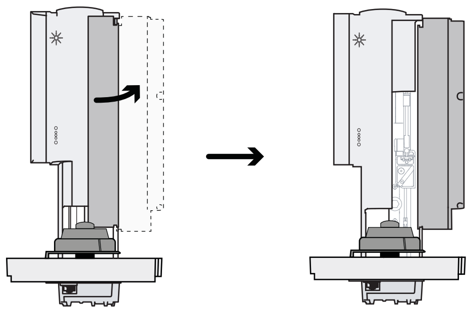


Figura 58 Abrir a porta do ALS

2 Alinhe a guia no cubo da torre ao entalhe na parte interna da torre, e coloque a torre no cubo (Figura 59).

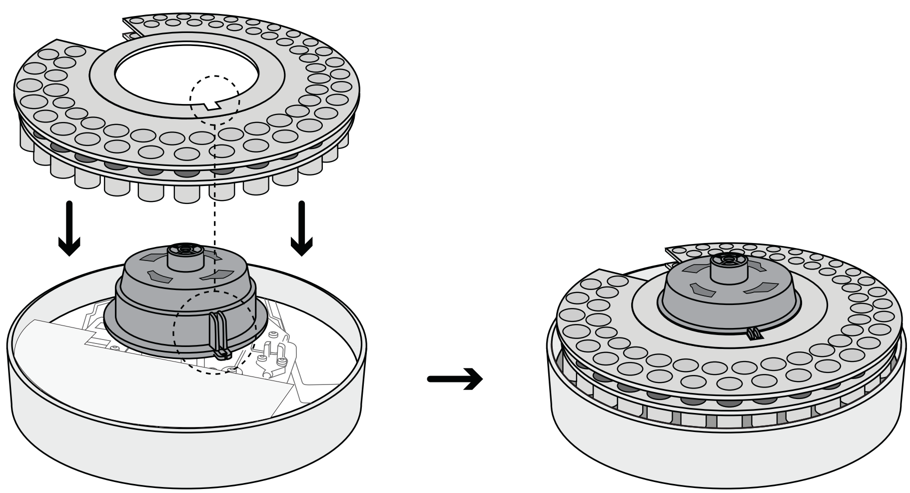


Figura 59 Colocar a torre no cubo

3 Gire a torre de modo que a abertura do injetor fique voltada para a frente do ALS (Figura 60).

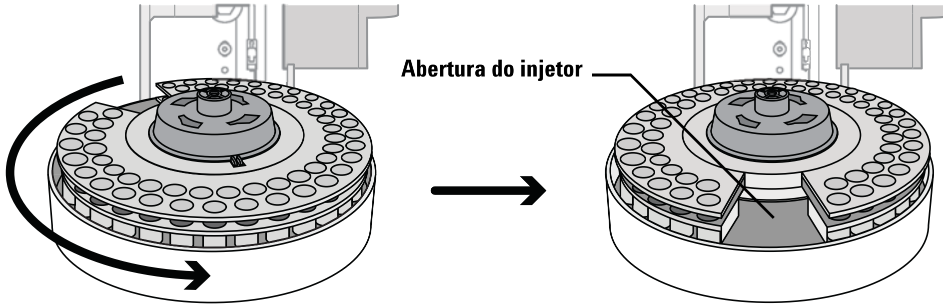


Figura 60 Girar a torre de modo que a abertura do injetor fique voltada para a frente do ALS

4 Coloque a calota da torre no cubo. Certifique-se de alinhar as ranhuras na calota às ranhuras no cubo da torre, como mostrado na Figura 61.

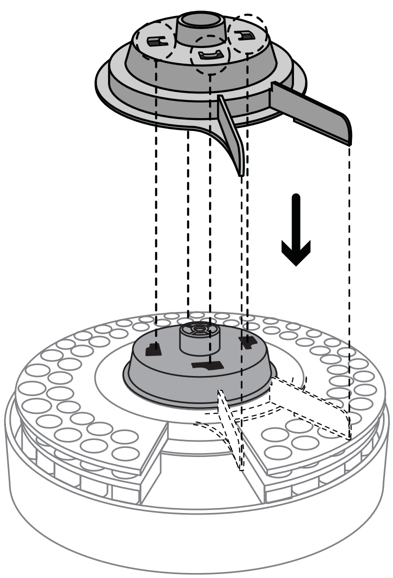


Figura 61 Colocar a calota da torre no cubo

5 Mantendo a torre fixa, gire a calota da torre no sentido horário até que ela encaixe em sua posição no cubo da torre. Certifique-se que as ranhuras na calota estejam alinhadas à abertura do injetor na torre, como mostrado na Figura 60.

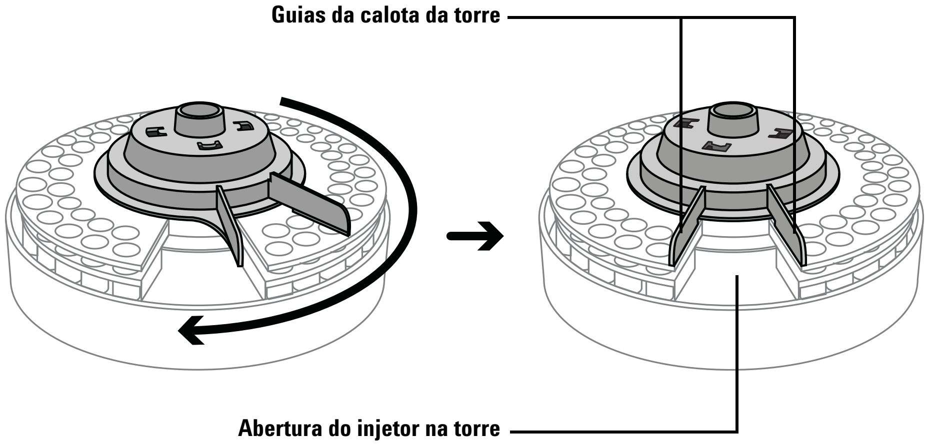


Figura 62 Girar a calota da torre no sentido horário até que ela encaixe em sua posição

6 Instale a seringa. Consulte "Instalação de uma seringa" para obter mais informações.

7 Feche a porta do ALS.

8 Remova o ALS do poste de estacionamento e instale o ALS no poste de montagem. Consulte ""Instalação do ALS 7650A" para obter detalhes.

9 Conecte o cabo de comunicação do ALS.

10 Quando ligado, o ALS verifica a instalação da torre. Uma luz de falha é exibida se a torre não estiver instalada corretamente.

11 Alinhe o ALS. Consulte "Alinhamento do ALS 7650A" na página 146 para obter detalhes.

Substituição do guia de suporte da agulha

Você deve usar o guia padrão de suporte de agulha (Figura 63).

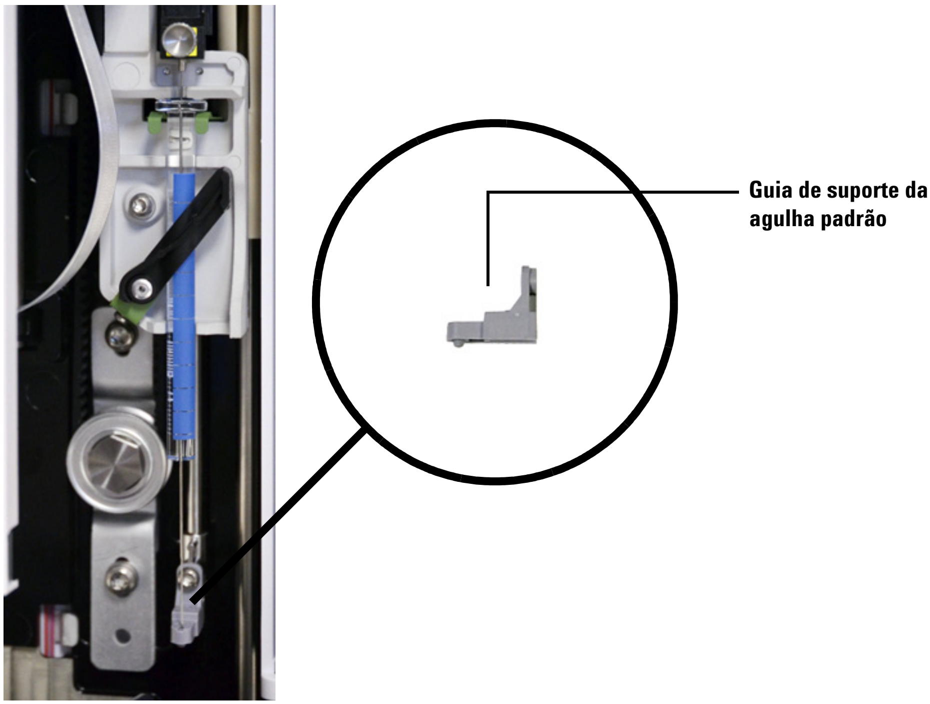


Figura 63 Substituição do guia de suporte da agulha

Substitua o guia de suporte da agulha quando ele apresentar sinais de desgaste:

1. Abra a porta do ALS.
2. Remova a seringa. Consulte "Remoção de uma seringa" na página 125 para obter detalhes.
3. Deslize o portador da seringa até a posição mais alta.
4. Remova completamente o parafuso Torx T-10 do guia de suporte. Tenha cuidado para não deixar o parafuso cair no conjunto da torre.
5. Retire o guia de suporte.
6. Instale o novo guia de suporte.

7 Recoloque o parafuso Torx T-10 e aperte-o.

8 Instale a seringa apropriada. Consulte "Instalação de uma seringa" na página 121 para obter detalhes.

9 Feche a porta do ALS.

10 Alinhe o ALS. Consulte "Alinhamento do ALS 7650A" na página 146 para obter detalhes.

Adaptação de seringas com mais de 100 µl

O ALS 7650A pode realizar injeções de grande volume usando seringas com capacidade superior a 100 µl. Para adaptar o ALS e o instrumento para injeções de grande volume, o portador de seringa com manipulação aprimorada de amostra G4521A deve estar instalado. Para instalar o portador de seringa com manipulação aprimorada de amostra G4521A, siga estas etapas:

1. Caso necessário, remova a seringa atual do ALS. Consulte “Remoção de uma seringa" na página 125 para obter detalhes.
2. Substitua o portador padrão de seringa pelo portador de seringa com manipulação aprimorada de amostra G4521A. Consulte “Substituição do portador de seringa" na página 136 para obter detalhes.
3. Instale a seringa apropriada. Consulte “Instalação de uma seringa" na página 121 para obter detalhes.
4. Caso necessário, reinstale o ALS no instrumento. Consulte “Instalação do ALS" na página 38 para obter detalhes.
5. Alinhe o ALS. Consulte “Alinhamento do ALS 7650A" na página 146 para obter detalhes.

Substituição do portador de seringa

Use o portador padrão de seringa para injeções até 100 µl, e o portador de seringa com manipulação aprimorada de amostra G4521A para injeções acima de 100 µl (Figura 64).

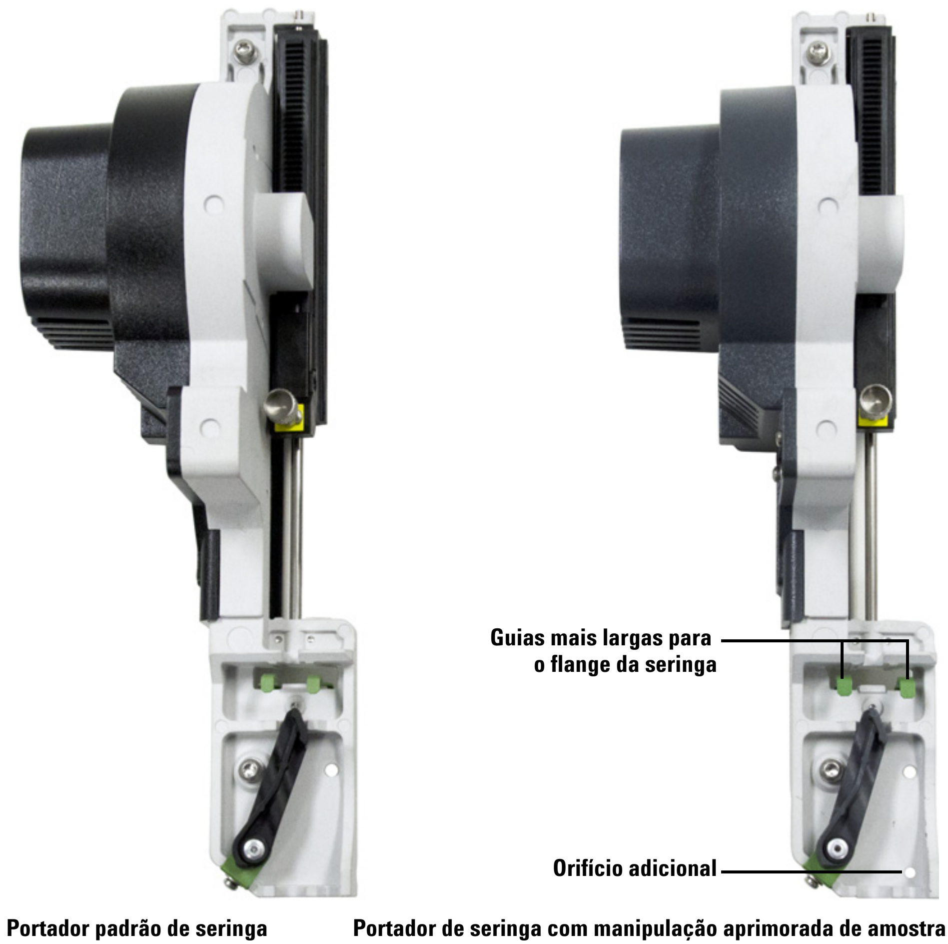


Figura 64 Portador padrão e portador de seringa com manipulação aprimorada de amostra com indicação das diferenças na aparência

O portador de seringa com manipulação aprimorada de amostra G4521A somente aceita seringas com capacidade igual ou superior a 100 µl.

Para substituir o conjunto portador de seringa:

1 Remova todos os frascos e garrafas da torre e desconecte do instrumento o cabo de comunicação do ALS.
2 Se desejado, remova o ALS do poste de montagem e coloque-o no poste de estacionamento.
3 Abra a porta do ALS.
4 Remova a seringa. Consulte “Remoção de uma seringa" na página 125 para obter detalhes.
5 Remova a torre. Consulte “Troca da torre" na página 126 para obter detalhes.
6 Deslize o portador de seringa para baixo até que seu cabo fique acessível embaixo do gabinete da torre e, em seguida, desconecte o cabo do conjunto.

7 Desparafuse e remova o parafuso Torx T-10 da parte superior do conjunto portador de seringa (Figura 65).

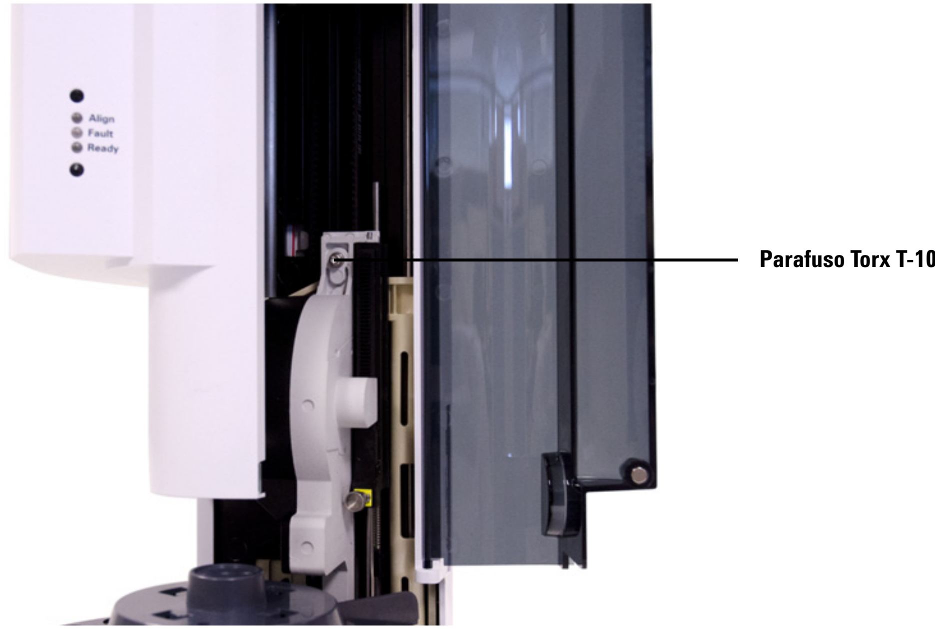


Figura 65 Remover o parafuso Torx T-10 da parte superior do conjunto portador de seringa

8 Deslize o portador de seringa completamente para cima até o flange e a lingueta ficarem acessíveis.

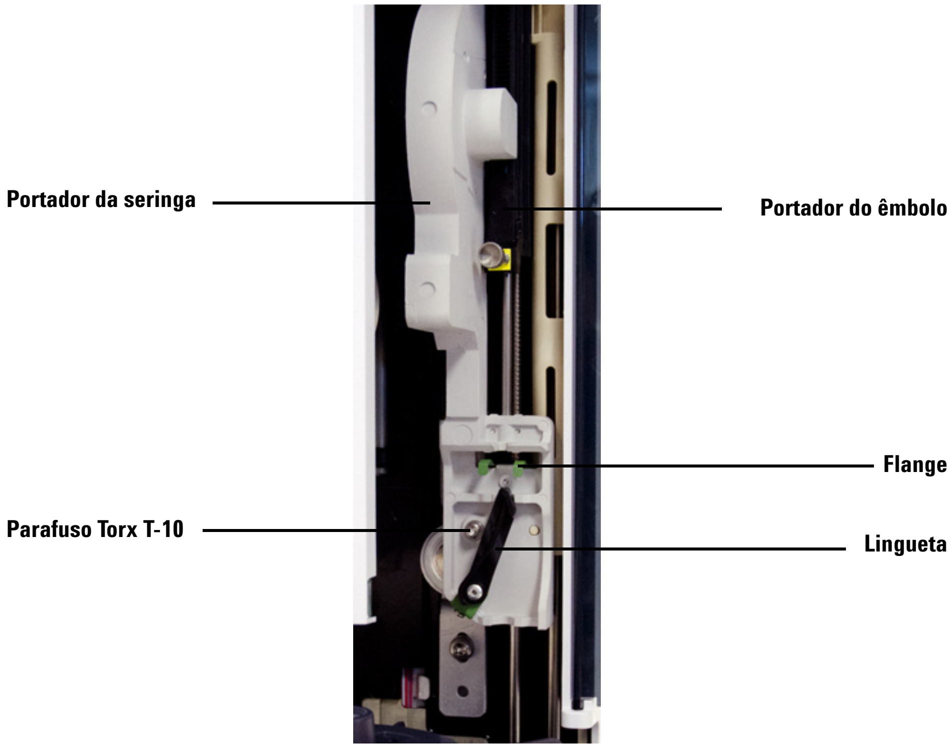


Figura 66 Remoção do conjunto portador de seringa

9 Desparafuse completamente e remova o parafuso Torx T-10 acima da lingueta da seringa (Figura 67).

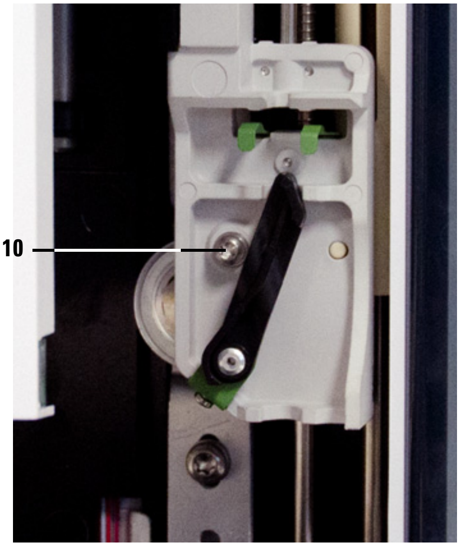


Figura 67 Remover o parafuso T-10 Torx

10 Remova cuidadosamente o portador de seringa do portador do injetor.

11 Posicione lentamente o portador de reposição no portador do injetor. O portador de seringa ficará preso no local quando posicionado corretamente.

12 Aperte o parafuso Torx T-10 acima da lingueta da seringa.

13 Deslize o portador de seringa completamente para baixo até que o conector de seu cabo fique acessível embaixo do gabinete do ALS (Figura 68).

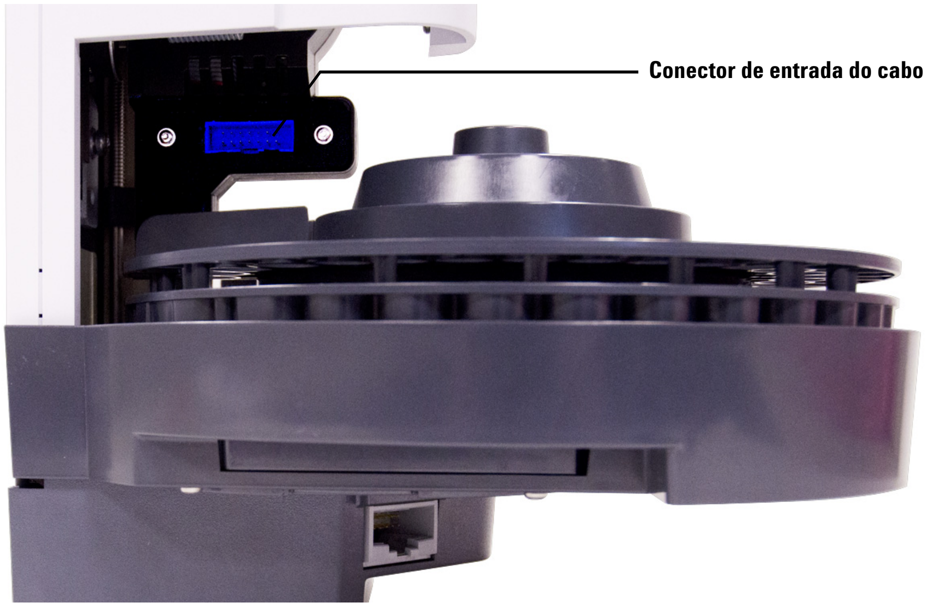


Figura 68 Conector do cabo do portador de seringa

14 Aperte o parafuso Torx T-10 complemente na parte superior do conjunto portador de seringa (Figura 69).



Figura 69 Apertar o parafuso Torx T-10 na parte superior do portador de seringa

15 Conecte o cabo ao conjunto portador de seringa.

16 Deslize o portador de seringa completamente para cima.

17 Certifique-se de haver instalado o guia padrão de suporte da agulha. Consulte "Substituição do guia de suporte da agulha" na página 133 para obter detalhes.

18 Instale a torre. Consulte "Troca da torre" na página 126 para obter detalhes.

19 Instale a seringa. Consulte "Instalação de uma seringa" na página 121 para obter detalhes.

20 Feche a porta do ALS.

21 Se necessário, conecte o cabo de comunicação do ALS e instale o ALS no poste de montagem. Consulte “”Instalação do ALS 7650A” para obter detalhes.

22 Alinhe o ALS. Consulte “Alinhamento do ALS 7650A" na página 146 para obter detalhes.

Substituição de agulha da seringa

As agulhas de aço inoxidável usadas nas injeções de 250 µm e 320 µm devem ser inseridas em um cilindro de seringa de vidro. Selecione a agulha de tamanho correto para a coluna a ser usada.

Agulhas para injeções de 250 µm possuem batentes na cor prata. Agulhas para injeções de 320 µm possuem batentes na cor ouro. Consulte o catálogo de suprimentos e itens de consumo da Agilent ou o website da empresa (www.agilent.com/chem) para obter a lista de seringas e agulhas.

Para inserir uma agulha no cilindro da seringa (Figura 70):

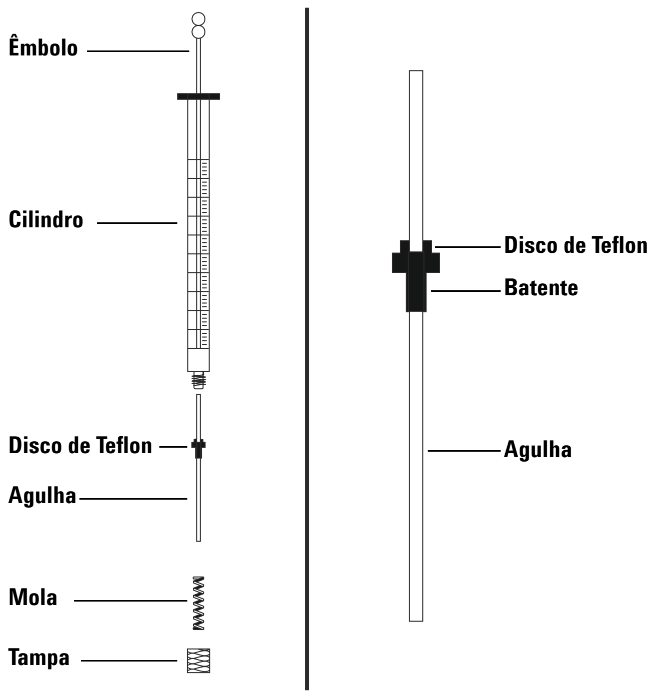


Figura 70 Partes da seringa

1 Desparafuse a tampa do cilindro da seringa e remova a mola.

2. Certifique-se de que a agulha tenha um disco de Teflon (Figura 70). Se o cilindro da seringa não estiver com um disco de Teflon, use as instruções na caixa da seringa para você mesmo envolver a agulha.
3. Insira a mola e a tampa na agulha.
4. Insira a agulha no cilindro da seringa.
5. Parafuse a tampa de volta no cilindro da seringa.

Alinhamento do ALS 7650A

Esta seção explica como executar o procedimento de alinhamento do ALS 7650A ALS. O ALS é alinhado de fábrica antes da remessa. O procedimento de alinhamento deve ser executado apenas se a configuração do hardware do ALS foi modificada ou se a luz Modo de alinhamento se iluminar.

NOTA A Agilent não recomenda realizar este procedimento a não ser que a luz Modo de alinhamento fique iluminada.

Se a luz de cor laranja Modo de alinhamento se iluminar, o ALS não funcionará até que o procedimento de alinhamento tenha sido concluído com sucesso.

Para alinhar o ALS:

1 Remova todos os frascos da torre.
2 Abra a porta do ALS e remova a seringa. Consulte "Remoção de uma seringa" na página 125 para obter detalhes.
3 Feche a porta do ALS.
4 Utilize um objeto longo e estreito para pressionar o botão Alignment (Alinhamento), localizado acima das luzes indicadoras. Evite o contato com qualquer parte atrás ou em torno do botão dentro do orifício (Figura 71).

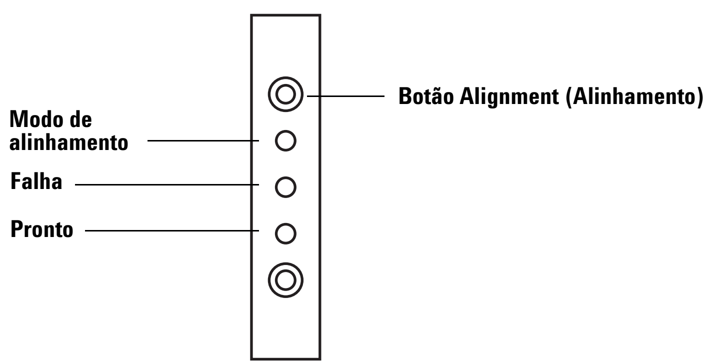


Figura 71 Alinhamento do ALS

A luz laranja do modo de alinhamento fica iluminada durante o procedimento:

a A torre gira para verificar se a seringa foi removida, depois gira para determinar que tipo de torre está instalada.

b O portador de seringa se move totalmente para baixo, vai para a posição inicial, em seguida se move novamente para cima.

c O portador da seringa abaixa até que toque na torre. Isso define sua posição em relação à torre.

d O êmbolo se move para calibrar as interrupções.

e O portador de seringa se move para baixo e a torre gira para definir sua posição em relação à do portador de seringa.

NOTA

Se qualquer uma dessas etapas falhar, o processo é interrompido e a luz de falha se ilumina. Se ele parar na etapa **b**, verifique se a torre está instalada de forma correta e pressione o botão Alignment (Alinhamento) novamente. Se o procedimento falhar novamente, desconecte e reconecte o ALS e tente mais uma vez antes de procurar a assistência da Agilent.

---

5 Quando o ALS parar e a luz verde Pronto estiver iluminada, a calibração estará concluída.

Se esse alinhamento foi iniciado pelo usuário (luz laranja Modo de alinhamento estava desligada antes de o botão Alignment ser pressionado) e ele falhar, desconecte o ALS, reconecte e o sistema assumirá os valores do alinhamento antigo.

6 Abra a porta do ALS e instale a seringa. Consulte “Instalação de uma seringa" na página 121 para obter detalhes.

7 Feche a porta do ALS.

Instalação do poste de estacionamento

Caso desejado, instale o poste de estacionamento no GC 7890A (Figura 72) ou no GC 7820A (semelhante). Se você possui um LTM-GC/MSD 5975T, ignore esta seção.

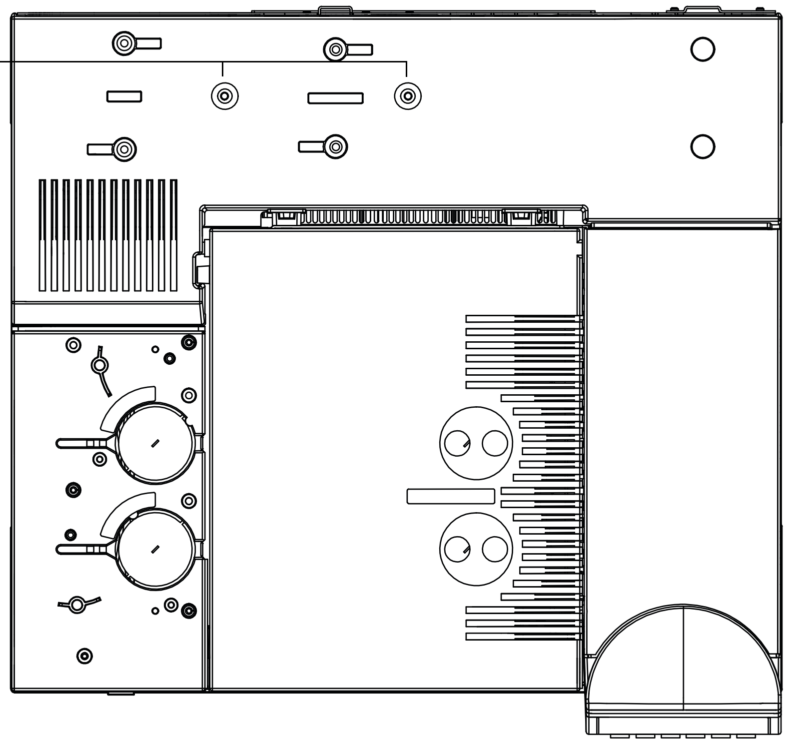


Figura 72 Posições do poste de estacionamento em um GC 7890A

Solução de problemas

As informações contidas neste capítulo auxiliarão você a manter o amostrador funcionando corretamente.

Se o cromatograma não estiver satisfatório, é claro que algo está errado. Use este capítulo para determinar a causa provável e, em muitos casos, a cura do problema.

Este capítulo trata apenas dos problemas associados ao amostrador. Entretanto, muitos sintomas aqui descritos também podem ter outras origens, particularmente a estabilidade da temperatura do instrumento e seus suprimentos de gás.

Se você não puder corrigir o problema, procure a assistência da Agilent.

Sintoma: Tempos de operação rápida do instrumento mais longos que o esperado

Tabela 13 Problemas de tempo de operação do instrumento

Causa possível	Ação
O uso dos frascos de amostra está alternando consistentemente entre a linha 1 e a linha 2 da torre.	Use o sequenciamento simples se possível (posição de frasco 1, seguida pelas posições 2, 3, 4 etc.) ou use frascos na mesma linha da torre para maximizar a produtividade.

Sintoma: Variabilidade

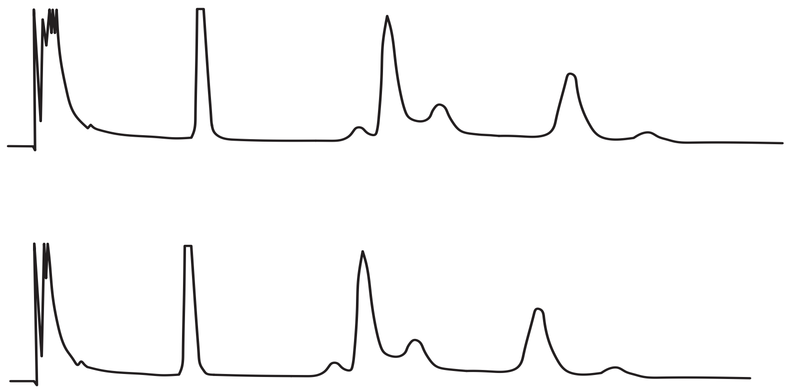


Figura 73 Tempos de retenção ou áreas não são reproduzíveis

Tabela 14 Problemas de variabilidade

Causa possível	Ação
O septo da entrada está vazando.	Se o septo estiver vazando, substitua-o. Se o septo substituído tiver passado por menos que 200 injeções, verifique os seguintes possíveis problemas para evitar falhas prematuras de septo: • A porca de retenção do septo está apertada demais. • A agulha da seringa não está reta. • A seringa não está instalada corretamente.
A seringa está desgastada ou suja.	Se a seringa parece suja ou o êmbolo estiver prendendo, limpe a seringa com o solvente apropriado ou siga as instruções de limpeza do respectivo fabricante.
O volume da amostra está baixo ou alto demais.	Verifique o nível da amostra. Se os frascos de amostras não estiverem cheios corretamente, a evaporação ou a contaminação podem afetar a análise. O nível da amostra fica aproximadamente na metade do volume do frasco. Consulte “Encher um frasco de amostra" na página 95.

Tabela 14 Problemas de variabilidade (continued)

Causa possível	Ação
As tampas dos frascos estão soltas.	Verifique as tampas dos frascos. Se você puder girar as tampas crimpadas com a mão, elas estão frouxas demais. Tampas soltas podem fazer com que amostras voláteis alterem a concentração ao longo do tempo. Consulte "Tampar um frasco de amostra" na página 96. Tampas de atarraxar, caso não estejam suficientemente apertadas, podem afrouxar no misturador e até se soltarem.
A amostra não está estável.	Verifique a estabilidade da amostra. Algumas amostras apresentam alterações com calor ou luz ultravioleta. Há diversas maneira de reduzir mudanças em amostras instáveis: • Use frascos de amostras na cor âmbar. • Armazene as amostras em ambiente protegido.
O tamanho da amostra varia.	Instale uma nova seringa. Se o tamanho da amostra variar, a seringa provavelmente não é precisa ou o êmbolo está desgastado. Variações podem se dever a seringas com agulhas removíveis por causa do volume morto ou das variações entre agulhas.
A agulha apresenta bolhas de ar.	Se a agulha tiver bolhas de ar, use velocidade variável e uma velocidade de recarga de amostra lenta o suficiente para evitar a formação de bolhas. Consulte "Configuração dos parâmetros do ALS 7650A" na página 74. Se isso não ajudar e a amostra for viscosa, tente o seguinte: • Aumente o tempo de retardo de viscosidade. • Dilua a amostra em um solvente de baixa viscosidade apropriado.

Sintoma: Contaminação ou picos fantasmas

Tabela 15 Problemas de contaminação ou pico fantasma

Causa possível	Ação
O septo da tampa do frasco está dissolvendo no solvente. Picos fantasmas aparecem algumas vezes quando pequenos pedaços de material do septo dissolvem na amostra. Execute várias operações em branco para determinar a presença ou ausência de picos fantasmas.	Verifique o seguinte: • Certifique-se de que o septo do frasco esteja plano. Se ele não estiver plano, a agulha tende a remover o centro do septo e deixar cair pedaços na amostra. Consulte "Tampar um frasco de amostra" na página 96. • Verifique a agulha. Se a agulha da seringa apresenta rebarbas, ela pode cortar pedaços do septo e fazer com que penetrem na amostra. • Verifique o septo do frasco. Se o septo do frasco não for suficientemente resistente para o solvente sendo usado, tente um tipo mais resistente.
Os frascos de amostra estão contaminados.	Picos fantasmas são, às vezes, causados por frascos de amostra contaminados. Tente usar frascos novos ou limpos, para ver se os picos fantasmas desaparecem. Guarde os frascos novos em um local livre de contaminação.
O septo de entrada está liberando substâncias voláteis.	Execute várias operações em branco com um pequeno pedaço de folha de alumínio atrás do septo de entrada. Se os picos de contaminação desaparecerem, isso se deve provavelmente ao septo. Tente substituir o septo usado normalmente por outro tipo.
A coluna está contaminada. Amostras de alta densidade molecular que contenham resíduos podem fazer com que a seringa, o revestimento de entrada ou os primeiros centímetros da coluna sejam contaminados.	Faça o seguinte: • Substitua ou limpe e desative o revestimento da entrada. • Examine os primeiros centímetros de uma coluna capilar com uma luz por trás para ver se existe material estranho. Se possível, remova a seção contaminada.
A amostra não está estável.	Algumas amostras apresentam alterações com calor ou luz ultravioleta. Verifique a estabilidade da amostra. Existem diversas maneiras de reduzir as alterações: • Use frascos de amostras na cor âmbar. • Armazene as amostras em ambiente protegido.

Sintoma: Picos menores ou maiores do que esperado

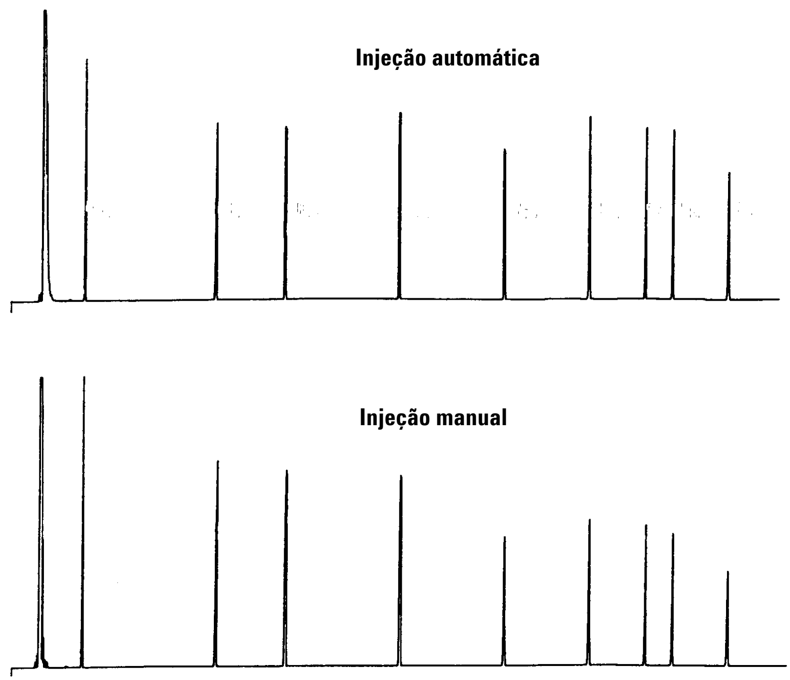


Figura 74 Picos menores ou maiores do que esperado

Tabela 16 Problemas de tamanho de pico

Causa possível	Ação
Você está comparando um cromatograma sem fracionamento de agulha com outro com esse fracionamento.	Verifique o modo de injeção. No modo de injeção normal, o amostrador usa injeção rápida, para oferecer uma quantidade representativa da amostra. A injeção rápida minimiza o fracionamento de agulha. Os cromatogramas obtidos por injeção manual ou através de dispositivos de injeção automática mais lenta mostram níveis maiores de materiais com baixo peso molecular em relação aos de peso maior, pois substâncias voláteis saem da agulha mais rápido do que materiais com peso molecular maior.
Você está usando uma entrada empacotada e uma coluna de 530 µm.	Verifique a entrada. Colunas capilares usadas com entradas empacotadas possuem algumas características inerentes de discriminação de amostra.
Existe um vazamento no sistema.	Substitua o septo e verifique se há vazamentos na conexão. Se o septo vazando passou por menos de 200 injeções. Para evitar falhas prematuras futuras, certifique-se de que: • A porca de retenção do septo não está apertada demais. • A agulha da seringa está reta. • A seringa está instalada corretamente.
A amostra não está estável.	Algumas amostras apresentam alterações com calor ou luz ultravioleta. Verifique a estabilidade da amostra. Existem diversas maneiras de reduzir as alterações: • Use frascos de amostras na cor âmbar. • Armazene as amostras em ambiente protegido.
As tampas dos frascos estão soltas.	Verifique as tampas dos frascos. Afrouxe as tampas de frascos que possam causar perda seletiva de materiais menos densos de uma amostra. A tampa não deve girar rapidamente, se instalada adequadamente. Consulte "Tampar um frasco de amostra" na página 96.

Sintoma: Resquícios de amostra

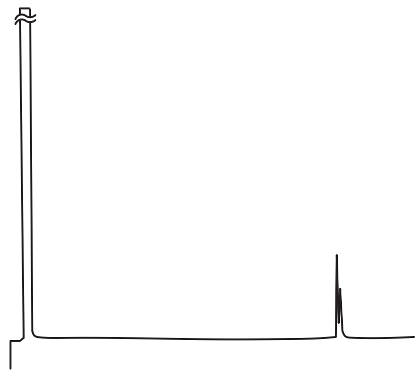


Figura 75 Operação em branco apresentando picos de resquícios

Tabela 17 Problemas de resquícios

Causa possível	Ação
O número ou o tipo de lavagens é insuficiente.	Verifique nos parâmetros da operação a quantidade de lavagens com amostra e com solvente. O número de lavagens disponível depende da aplicação. Consulte “Resquícios de amostra" na página 65.
O solvente esgotou.	Verifique as garrafas de solvente. Se o nível de solvente estiver abaixo de 2,5 ml, a seringa não pode chegar até ele. Substitua o solvente restante por 4 a 4,5 ml de solvente novo. Consulte “Preparação das garrafas de solvente e descarte" na página 98. Verifique as garrafas de descarte. Se o nível do descarte estiver perto do pescoço da garrafa, substitua-a por uma garrafa vazia.
A seringa está desgastada ou suja.	Se a seringa parece suja ou o êmbolo estiver prendendo, limpe a seringa com o solvente apropriado ou siga as instruções de limpeza do respectivo fabricante. Se a seringa parece desgastada, substitua-a.

Tabela 17 Problemas de resquícios (continued)

Causa possível	Ação
As amostras (frasco a frasco) são de tipo não misturável.	Nessa situação, as lavagens com amostra e com solvente podem não limpar a seringa corretamente. Aumente o número de ciclos de lavagem ou use um solvente que limpe vários tipos de amostra.

Sintoma: Sem sinal/Sem picos

Tabela 18 Problemas de sinal/pico

Causa possível	Ação
O êmbolo da seringa apresenta mau funcionamento.	Verifique se o êmbolo da seringa está preso pelo parafuso do êmbolo. Se o parafuso do êmbolo estiver frouxo, aperte-o. Consulte "Instalação de uma seringa" na página 83. Verifique se a agulha da seringa está entupida. Se a seringa estiver entupida, substitua ou limpe a seringa.
O nível da amostra está baixo demais no frasco.	Se o frasco contiver muito pouca ou nenhuma quantidade de amostra, a agulha pode não ser capaz de chegar até ela. Consulte "Encher um frasco de amostra" na página 95. Alternativamente, você pode editar o seu método para ajustar a profundidade da amostragem da agulha. Consulte Desvio da amostragem em "Configuração dos parâmetros do ALS 7650A" na página 74.
A amostra está viscosa.	Se amostra estiver viscosa, tente o seguinte: • Aumente o tempo de retardo de viscosidade. • Dilua a amostra em um solvente de baixa viscosidade apropriado.

Correção de problemas de seringa

AVISO **Ao solucionar problemas do ALS, não toque na agulha da seringa. A agulha é afiada e pode conter produtos químicos perigosos.**

Agulhas de seringa podem empenar por diversas razões. Quando encontrar uma agulha assim, verifique as seguintes condições antes de substituí-la:

- ✓ A seringa foi instalada corretamente no seu portador?
- ✓ Você está usando o tipo correto de seringa? O comprimento total do conjunto cilindro da seringa-agulha é de 126,5 mm? Para obter mais informações, consulte “Seleção de uma seringa" na página 80.
- ✓ O guia de suporte da agulha está limpo? Remova eventuais resíduos ou depósitos no septo. Para obter mais informações, consulte “Manutenção periódica" na página 120.
- ✓ A porca do septo de entrada está apertada demais? Para obter mais informações, consulte a documentação de operação do instrumento.
- ✓ O septo da tampa crimpada está centralizado sobre o frasco de amostra? Para obter mais informações, consulte “Tampar um frasco de amostra" na página 96.
- ✓ O diâmetro interno do frasco de amostra, da inserção de microfrasco e do septo da tampa do frasco é de pelo menos 5 mm? Para obter mais informações, consulte “Preparação de um frasco de amostra" na página 92.

Falhas e erros

Algumas vezes as coisas não funcionam como esperado. Na maioria dos casos, a natureza do problema é indicada pelas luzes de status no ALS 7650A ou por mensagens de erro na tela do instrumento. Se isso acontecer, use este capítulo para descobrir a causa provável e a ação corretiva a ser executada.

Falhas

O status do ALS 7650A é indicado por três luzes no painel frontal (Figura 76).

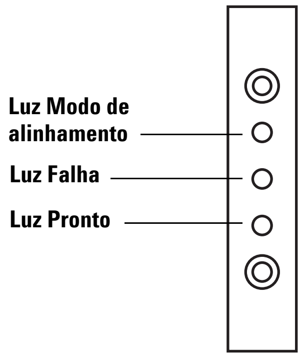


Figura 76 Luzes de status do ALS 7650A

Durante a operação normal, a luz verde Pronto fica iluminada. Se o ALS estiver trabalhando, a luz verde Pronto fica piscando.

Se outra combinação de luzes estiver iluminada, houve uma falha.

Use as informações neste capítulo para tentar resolver ou identificar o problema antes de procurar a assistência da Agilent.

Tabela 19 Luzes de status do ALS

Luzes	Causa possível	Ação
Todas as luzes desligadas.	• A alimentação da rede elétrica para o instrumento está desligada. • O cabo do ALS ou a conexão com o instrumento está com defeito. • O instrumento precisa de manutenção.	**1** Verifique se o ALS está corretamente conectado ao instrumento. **2** Verifique a fonte de alimentação do instrumento. **3** Procure a assistência da Agilent.

Tabela 19 Luzes de status do ALS (continued)

Luzes	Causa possível	Ação
A luz Falha está ligada.	• A porta do ALS está aberta. • O ALS não está montado corretamente no instrumento.	**1** Certifique-se de que a porta do ALS esteja fechada. **2** Se a luz de falha permanecer ligada, procure a assistência da Agilent. **3** Certifique-se de que o ALS esteja montado corretamente. Para obter mais informações, consulte "Instalação do ALS" na página 38. **4** Certifique-se de que o poste de montagem correto esteja montado. Consulte "Instalação do ALS" na página 38. **5** Se a luz Falha permanecer ligada, procure a assistência da Agilent.
A luz Falha está piscando duas vezes.	• Erro de seringa.	• Reinstale ou substitua a seringa.
A luz Falha está piscando três vezes.	• Erro na torre.	• Reinstale a torre.
A luz Falha está piscando quatro vezes.	• Erro no êmbolo.	
A luz Falha está piscando cinco vezes.	• Erro no desviador.	• Reinicie o instrumento. Se o erro ocorrer novamente, procure a assistência da Agilent.
A luz Modo de alinhamento está ligada.	• O sistema não foi inicializado. • Houve um erro de memória no ALS.	**1** Verifique se a torre está instalada corretamente. Consulte "Troca da torre" na página 126. **2** Execute o procedimento de alinhamento para inicializar o sistema. Consulte "Alinhamento do ALS 7650A" na página 146. **3** Se o alinhamento falhar, procure a assistência da Agilent.

Tabela 19 Luzes de status do ALS (continued)

Luzes	Causa possível	Ação
A luz Modo de alinhamento está piscando.	• O cliente apertou o botão de modo de alinhamento.	• O processo de alinhamento e calibração está em andamento. Deixe o processo terminar.
Todas as luzes estão ligadas.	• Há uma falha na placa de circuitos. • Existe um conflito de revisão do firmware.	**1** Verifique todas as conexões de cabos. **2** Desligue o instrumento, depois ligue novamente. **3** Se as luzes continuarem ligadas, procure a assistência da Agilent.

Mensagens de erro

Tabela 20 lista as mensagens de erro informadas pelo instrumento. Se você observar uma mensagem de erro que não consta da lista abaixo, anote-a. Certifique-se de que o instrumento esteja corretamente configurado e que os frascos de amostras e o equipamento correspondam ao método e/ou sequência. Se o problema persistir, informe a mensagem de erro para a assistência da Agilent.

Tabela 20 Mensagens de erro

Mensagem	Causa provável	Ação sugerida
Porta frontal (ou traseira) aberta ou injetor não montado		• Consulte "Falhas" na página 162.
Erro de comunicação com o injetor frontal (ou traseiro)	• Há um erro de comunicação entre o ALS e o instrumento.	• Procure a assistência da Agilent.
Injeção incompleta do injetor frontal (ou traseiro)	• A agulha da seringa está empenada. • O portador do êmbolo ou o portador da seringa está operando incorretamente durante a injeção.	**1** Consulte "Correção de problemas de seringa" na página 159. **2** Remova a seringa do ALS e verifique se o êmbolo está prendendo ou colando. Substitua a seringa, se necessário. **3** Reinicie a sequência. **4** Se o erro ocorrer novamente, procure a assistência da Agilent.
Reinicialização do injetor frontal (ou traseiro)	• Há uma interrupção na alimentação elétrica do instrumento.	• Procure a assistência da Agilent.

Tabela 20 Mensagens de erro (continued)

Mensagem	Causa provável	Ação sugerida
Erro do injetor frontal (ou traseiro)	• O êmbolo da seringa está preso ou não está firmemente conectado ao portador do êmbolo. • O solenoide do êmbolo está emperrando. • O codificador do carro do êmbolo está inoperante.	**1** Remova a seringa e verifique se há emperramento ou viscosidade do êmbolo. Substitua a seringa, se necessário. Para obter mais informações, consulte "Inspeção de uma seringa" na página 82. **2** Verifique a viscosidade da amostra em relação ao parâmetro de viscosidade. Redefina o parâmetro de viscosidade, se necessário. **3** Reinicie a sequência. **4** Se o erro ocorrer novamente, procure a assistência da Agilent.
Erro da seringa frontal (ou traseira)	• O motor do portador de seringa está com defeito. • A seringa não está instalada ou ela é do tipo incorreto. • O sensor do portador de seringa está inoperante.	**1** Assegure-se de que a seringa está instalada corretamente. Para obter mais informações, consulte "Instalação de uma seringa" na página 83. **2** Certifique-se de que a seringa atende às especificações. **3** Se a agulha da seringa estiver empenada, consulte "Correção de problemas de seringa" na página 159. **4** Reinicie a sequência. **5** Se o erro ocorrer novamente, procure a assistência da Agilent.
Erro da torre frontal (ou traseira)	• Algo interferiu na rotação da torre. • O conjunto motor/codificador da torre está inoperante. • O tipo de torre foi modificado enquanto a alimentação estava ligada e o procedimento de alinhamento não foi executado. • A torre está solta.	**1** Remova quaisquer obstruções. **2** Verifique a luz Modo de alinhamento. Se ela estiver ligada, realize o procedimento de alinhamento. Consulte "Alinhamento do ALS 7650A" na página 146. **3** Aperte a parte superior da torre. **4** Se o erro ocorrer novamente, procure a assistência da Agilent.

Tabela 20 Mensagens de erro (continued)

Mensagem	Causa provável	Ação sugerida
Injetor não está presente	• Existe uma falha na placa de circuitos do ALS ou do instrumento. • O cabo de comunicação do ALS está com defeito ou não está fixado com firmeza no instrumento. • Existe uma falha de cabos no instrumento. • O seu método especifica uma localização de entrada incorreta (divergência de método).	**1** Certifique-se de que a conexão do cabo de comunicação do ALS está firme. **2** Verifique seu método para se certificar de que ele usa a localização de entrada do ALS correta. **3** Se o erro persistir, procure a assistência da Agilent.
Injetor off-line	• Existe uma falha na placa de circuitos do ALS ou do instrumento. • O cabo de comunicação do ALS está com defeito ou não está conectado. • Existe uma falha de cabos no instrumento.	**1** Certifique-se de que a conexão do cabo de comunicação do ALS está firme. **2** Se o erro persistir, procure a assistência da Agilent.
Sequência inválida	• A sequência está configurada para o dispositivo de injeção incorreto. • O hardware exigido pela sequência não está instalado e configurado. • A configuração do instrumento foi modificada durante a execução da sequência. • O cabo de comunicação do ALS está com defeito ou não está conectado corretamente.	**1** Certifique-se de que a conexão com o instrumento está firme. **2** Verifique os parâmetros da sequência em relação à configuração do instrumento. **3** Se o erro persistir, procure a assistência da Agilent.
Nenhum injetor	• A conexão dos cabos para o instrumento se soltou durante uma operação. • A placa de circuitos do ALS ou do instrumento falhou durante uma operação.	**1** Certifique-se de que a conexão com o instrumento está firme. **2** Se o erro persistir, procure a assistência da Agilent.
Pré-operação >10 min.	• O instrumento não está pronto.	• Verifique a mensagem Não pronto e outras para determinar a causa.

Peças de reposição

As páginas a seguir listam as peças de reposição para o ALS 7650A. Consulte também o site da Agilent em www.agilent.com/chem para listas com as mais recentes peças de reposição e firmware.

Peças de reposição para o ALS 7650A

A Tabela 21 e a Figura 77 listam e mostram as peças de reposição para o módulo ALS 7650A.

Tabela 21 Peças de reposição para o ALS 7650A

Item	Descrição	No. de peça	Qtd./Conj.
1	Torre de injetor (nova/troca)	G4567A	1
2	Portador da seringa (padrão)	G4513-60550	1
3	Portador da seringa (manipulação aprimorada de amostra)	G4521-63000	1
4	Conjunto da torre	G4567-40192	1
5	Calota da torre	G4567-40510	1
6	Poste de montagem do ALS	G4513-20561	1
7	Guia de suporte da agulha (padrão)	G4513-40525	1
8	Cabo de comunicação	G4514-60610	1



Figura 77 Peças de reposição do ALS 7650A

Agilent Technologies

G4567-98010